



TUGAS AKHIR – TL 141584

**PENGARUH PENAMBAHAN NaOH TERHADAP PROSES
EKSTRAKSI LITHIUM PADA LUMPUR SIDOARJO**

ADHA BANGKIT BANYUBIRU TANGGUH
NRP 2712 100 081

Dosen Pembimbing
Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2016

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT – TL 141584

**INFLUENCE ADDITION Of NaOH On LITHIUM
EXTRACTION PROCESS At LUMPUR SIDOARJO**

ADHA BANGKIT BANYUBIRU TANGGUH
NRP 2712 100 081

Lecture

Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D

Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI

Fakultas Teknologi Industri

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Surabaya

2016

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**PENGARUH PENAMBAHAN NaOH TERHADAP PROSES
EKSTRAKSI LITHIUM PADA LUMPUR SIDOARJO**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat
memperoleh gelar Sarjana Teknik
pada
Bidang Studi Metalurgi Ekstraksi
Program Studi S-1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh

Adha Bangkit Banyubiru Tangguh
NRP. 2712 100 081

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

Lukman Noerochim, ST, MSc Eng, Ph.D (Pembimbing I)

Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si (Pembimbing II)



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

PENGARUH PENAMBAHAN NaOH TERHADAP PROSES EKSTRAKSI LITHIUM PADA LUMPUR SIDOARJO

Nama Mahasiswa : Adha Bangkit Banyubiru Tangguh
NRP : 2712100081
Pembimbing : Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

ABSTRAK

Lithium merupakan suatu mineral yang banyak digunakan pada pembuatan baterai yang dapat di isi ulang (rechargeable). Pada penelitian ini dilakukan proses ekstraksi Lithium melalui metode Hydrometallurgi dengan variasi penambahan NaOH untuk mengetahui pengaruhnya terhadap efisiensi pada proses ekstraksi. Penambahan NaOH dilakukan dengan variasi NaOH 0.1 M, NaOH 0.3 M dan NaOH 0.5M. Proses penambahan ini dilakukan dengan pencampuran variasi penambahan NaOH sebanyak 200ml dan lumpur kering Sidoarjo yang memiliki ukuran 80 μm . Setelah proses pencampuran hingga menjadi slurry, slurry dipanaskan pada temperatur 85°C selama 1 jam. Dari pengujian XRD menunjukkan terbentuknya Li_2CO_3 dengan intensitas tertinggi yaitu pada peak posisi 2θ 45.7912 intensitasnya 1000 pada NaOH 0.5M. Pada pengujian SEM, terlihat Li_2CO_3 terindikasi berbentuk kubus. Namun pada pengujian ICP terjadi penurunan efisiensi dengan efisiensi terkecil sebesar 26.9% pada penambahan NaOH 0.5 M dan efisiensi terbesar sebesar 35.3% pada penambahan NaOH 0.1M.

Kata kunci: Ekstraksi, Hydrometallurgi, Lithium, Lumpur Sidoarjo

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

INFLUENCE ADDITION Of NaOH On LITHIUM EXTRACTION PROCESS At LUMPUR SIDOARJO

NamaMahasiswa : Adha Bangkit Banyubiru Tangguh
NRP : 2712100081
Pembimbing : Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

ABSTRACT

Lithium is a mineral used in the manufacture of rechargeable batteries. On the research of Lithium extraction process is done through the Hydrometallurgi method with the addition of NaOH to know its effect on efficiency in the extraction process. The addition of NaOH in done with variation of NaOH 0.1 M, NaOH 0.3 M and NaOH 0.5 M. This process is done by mixing variations of the addition of as many as 200 ml of NaOH and Dried lumpur Sidoarjo that has a size of 80 μm . After mixing become a slurry, slurry is heated at a temperature of 85oC for 1 hour. From testing XRD showed the formation of Li_2CO_3 with the highest intensity at peak position 2θ 45.7912 which intensity 1000 in 0.5 M NaOH. On testing SEM, There is Li_2CO_3 who looks like cube. However on testing ICP occurs a decrease in efficiency with the smallest efficiency of 26.9% in addition of NaOH 0.3 M and the largest efficiency amounting to 21.9% in addition of NaOH 0.1 M.

***Keywords: extraction, Hydrometallurgi, Lithium,
Lumpur Sidoarjo***

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
ABSTRAK.....	v
ABSTRACT	vii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL.....	xv

BAB I PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang Masalah	1
I.2 Perumusan Masalah	2
I.3 Batasan Masalah	2
I.4 Tujuan Penelitian	3
I.5 Manfaat Penelitian	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Lithium.....	5
2.1.1 Sumber Lithium.....	8
2.2 Proses Produksi Lithium	11
2.3 Processing Lithium from Brines	12
2.3.1 Electrolysis	12
2.3.2 Adsorption.....	14
2.3.3 Ion exchange and solvent	18
2.4 Processing Lithium from clays.....	18
2.4.1 Sulfur dioxide roast-water leach.....	20

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian	27
3.2 Bahan	29
3.3 Peralatan.....	30
3.4 Metode Penelitian	31
3.4.1 Preparasi Lumpur	31
3.4.2 Pembuatan Slurry	31

3.4.3 Oksidasi	31
3.4.4 Leaching	32
3.5 Pengujian Karakterisasi Material	32
3.5.1 X –ray Diffraction (XRD)	32
3.5.2 Scanning Electron Microscop (SEM).....	34
3.5.3 EDX (Energi Dispersive X-ray)	35
3.5.4 ICP (Inductively Coupled Plasma)	35

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengujian XRD	37
4.2 Pengujian SEM.....	45
4.3 Pengujian ICP.....	48
4.3.1 Hasil ICP Lithium.....	48
4.3.2 Hasil ICP Lumpur Sidoarjo	50
4.3.3 Efisiensi proses Ekstrasi	51

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 KESIMPULAN	54
5.2 SARAN	54

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

UCAPAN TERIMA KASIH

BIODATA PENULIS

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1	Properties Lithium (Hanford, 1978)	5
Tabel 2. 2	Conversion Factors to Convert Lithium Compounds Grades into Lithium Metal Grades (Lithium Process Chemistry, 2015).....	8
Tabel 2. 3	Recovery Lithium dari metode Adsorption yang menggunakan Adsorben. (Lithium Process Chemistry, 2015).....	15
Tabel 2. 4	Hasil pengolahan dan penelitian menggunakan Clays. (Lithium Process Chemistry,2015).....	19
Tabel 2. 5	Hasil-hasil penelitian sebelumnya	21
Tabel 4. 1	Ukuran Butir dari Li_2CO_3 dengan variasi penambahan NaOH 0.1 M, NaOH 0.3 M dan NaOH 0.5 M.	47
Tabel 4. 2	Hasil pengujian ICP pada variasi penambahan NaOH	48
Tabel 4. 4	Total Li yang diperoleh setiap penambahan NaOH ...	50
Tabel 4. 5	Penimbangan kertas saring sebelum dan sesudah proses filtrasi.	50
Tabel 4. 6	Efisiensi setiap penambahan NaOH	52

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1	Logam Lithium (Theodore W. Gray, 2003).....	6
Gambar 2. 2	Penggunaan Lithium di dunia 2014 (US Geological Survey, 2015)	7
Gambar 2. 3	Pengolahan Lithium dengan sumber Fluida Geothermal (Harrison, 2010)	10
Gambar 2. 4	Skema diagram dari sel elektrolisis untuk recovery Lithium yang menggunakan LiFeO_4 dan FePO_4 sebagai elektroda.....	13
Gambar 2. 5	Diagram Fasa dari Lithium Mangan Oksida serta delithiated product-nya. (Chitrakar, 2000).....	16
Gambar 2. 6	Struktur kristal dari Lithium Mangan Oksida Spinel(Ning et al, 2006)	17
Gambar 3. 1	Diagram proses ekstraksi lithium pada Lumpur Sidoarjo	<u>29</u>
Gambar 3. 2	Skema kerja X-Ray Diffraction (XRD)	33
Gambar 3. 3	Alat SEM	35
Gambar 3. 4	ICP (Inductively Coupled Plasma)	36
Gambar 4. 1	Hasil pengujian XRD dari sample Lumpur Sidoarjo yang belum di ekstraksi.....	37
Gambar 4. 2	Hasil pengujian XRD ekstraksi penambahan NaOH 0.1 M.....	40
Gambar 4. 3	Hasil pengujian XRD ekstraksi penambahan NaOH 0.3 M.	41
Gambar 4. 4	Hasil pengujian XRD ekstraksi penambahan NaOH 0.5 M.	42
Gambar 4. 5	Hasil pengujian XRD penambahan (a) NaOH 0.1 M, (b) NaOH 0.3M dan (c) NaOH 0.5 M.....	43
Gambar 4. 6	Single peak Li_2CO_3 dengan variasi penambahan (a) NaOH 0.1 M, (b) NaOH 0.3M dan NaOH 0.5M.	44
Gambar 4. 7	Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo penambahan 0.1 M NaOH	46
Gambar 4. 8	Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo penambahan 0.3 M NaOH.....	46

Gambar 4. 9	Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo penambahan 0.5M NaOH	47
Gambar 4. 10	Grafik hasil ICP dalam cuplikan	49
Gambar 4. 11	Grafik efisiensi proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo.	53

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang Masalah

Lithium merupakan suatu mineral yang berguna dalam bidang elektronik yang berkaitan dengan hidup manusia, misalnya, dalam pembuatan baterai yang dapat di isi ulang (*rechargeable*). Karena tingginya kebutuhan terhadap Lithium sebagai bahan elektronik makin meningkat. Pada tahun 2015, produsen Lithium memperkirakan sebanyak 36.000 ton Lithium digunakan untuk berbagai keperluan yang berkaitan dengan barang elektronik. Angka tersebut naik 15 % dibanding tahun 2013 (*US Geological Survey*, 2014).

Mineral Lithium merupakan unsur logam alkali yang sangat reaktif. Karena kereaktifannya, Lithium tidak dapat diperoleh secara bebas di alam (*Chen*, 1973). Sehingga mineral Lithium harus di pisahkan terlebih dahulu dengan zat-zat pengotor lainnya. Lithium dapat diperoleh dari beberapa sumber, mulai dari batu-batuan berapi hingga dari sumber mineral seperti (spodumene) serta *brines* (air asin di bawah permukaan tanah akibat pengeboran panas bumi) dan *blittern* (air laut sisa penguapan garam).

Kemaritiman Indonesia merupakan potensi yang sangat menguntungkan untuk menjadi produsen Lithium. Sayangnya, belum ada satupun perusahaan yang memproduksi Lithium. Selain dari hasil kemaritiman yang berpotensi sangat besar, Indonesia juga memiliki sebuah bencana Lumpur Sidoarjo. Bencana Lumpur Sidoarjo sendiri merupakan bentukan fluida geothermal yang di akibatkan pengeboran panas bumi. Menurut riset yang dilakukan Wataru Tanikawa pada tahun 2011, Liquid Lumpur Sidoarjo menunjukkan kandungan Lithium sebesar 6 ppm.

Ada banyak cara untuk mendapatkan Lithium. metode-metode yang biasanya sering di pakai yaitu ekstraksi menggunakan pelarut (solvent), teknik deposisi elektro, metode pertukaran ion dan recovery. Dari metode metode inilah



dilakukan penelitian secara terus menerus untuk mendapatkan Lithium tanpa membutuhkan dana yang besar. Pada tahun 2014, peneliti Indonesia Gita Akbar melakukan penelitian dengan metode adsorbent Lithium Mangan Oksida.

Metode adsorbent Lithium Mangan Oksida diduga tidak membutuhkan dana yang besar. Lithium Mangan Oksida adalah salah satu senyawa adsorben yang cenderung murah, aman dan tidak beracun. Hasil penelitian senyawa Lithium Mangan Oksida menunjukkan kemampuan menyerap Lithium hingga 6,6 mg/g dengan rasio mol Li/Mn 1.

Selain metode adsorbent, terdapat metode Hydrometallurgi yang menghasilkan Lithium yang setengah jadi berbentuk Li_2CO_3 . Maka dari itu, penelitian ini menggunakan metode Hydrometallurgi untuk mengekstrak lithium. Adapun tahap dalam metode Hydrometallurgi adalah proses kimia, roasting dan leaching. Hal ini menjadikan proses Hydrometallurgi membutuhkan waktu yang lebih cepat daripada proses adsorbent.

I.2 Perumusan Masalah

Penelitian ini memiliki beberapa perumusan masalah yaitu:

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi NaOH terhadap efektifitas proses ekstraksi Lithium yang berbentuk Li_2CO_3 dari Lumpur Sidoarjo?
2. Bagaimana pengaruh NaOH terhadap morfologi Li_2CO_3 dari Lumpur Sidoarjo hasil proses ekstraksi Lithium?

I.3 Batasan Masalah

Beberapa batasan masalah yang ditetapkan pada penelitian ini bertujuan agar penelitian yang dilakukan tidak melebar, berikut adalah batasan masalah tersebut:

1. Kandungan Lithium dari sampel Lumpur Sidoarjo yang digunakan dianggap homogen.
2. Perubahan temperatur pemanasan saat proses kimia dianggap konstan.



I.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini memiliki beberapa tujuan yaitu:

1. Menganalisa pengaruh konsentrasi NaOH terhadap efektifitas proses ekstraksi Lithium yang membentuk Li_2CO_3 dari Lumpur Sidoarjo.
2. Menganalisa pengaruh NaOH terhadap morfologi Li_2CO_3 dari Lumpur Sidoarjo hasil proses ekstraksi Lithium.

I.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk menganalisa banyaknya Lithium yang diekstraksi dari Lumpur Sidoarjo melalui proses Hydrometalurgi pada fluida geothermal. Penelitian ini juga dapat dijadikan rujukan untuk penelitian selanjutnya untuk meningkatkan hasil Lithium dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo melalui cara hydrometalurgi.



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Lithium

Lithium adalah salah satu unsur kimia yang terdapat pada tabel periodik, memiliki lambang Li dan nomor atom 3. Unsur kimia ini termasuk dalam logam alkali berwarna putih perak. Seperti halnya logam alkali lainnya, Lithium sangat reaktif, mudah terkorosi dengan cepat dan menjadi hitam di udara yang lembap karena mudah terbakar. Oleh karena itu, logam Lithium biasanya disimpan dalam wadah yang berisi minyak anhidrat (Gambar 2.1). Sifatnya yang reaktif inilah membuat Lithium tidak pernah berada kondisi bebas di alam dan muncul dalam keadaan ionik. Beberapa sifat fisik Lithium ditunjukkan pada Tabel 2.1 (Garrett, 2004; Bale dan Mei, 1989).

Tabel 2. 1 Properties Lithium (Hanford, 1978)

Name	Lithium
Symbol	Li
Atomic Number	3
Atomic weight	
Isotopes	Li-6 ; Li7
Boiling Point	1347 °C
Melting Point	180.54 °C
Heat of Vaporization	4680 cal/g
Heat of Fusion	103.2cal/g
Cube Edge Length of Unit Cell	3.51 Å
Number of Atoms Exposed upon Immersion in Water of 1 cm Unit Cube	26.1×10^{14}



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Dalam keadaan standar, Lithium adalah logam paling ringan sekaligus unsur densitas (massa jenis) paling kecil. Sering kali Lithium ditemukan didalam pegmatic, namun solubilitasnya yang tinggi sebagai ion maka Lithium juga terdapat pada air laut, brines dan fluida geothermal.



Gambar 2. 1 Logam Lithium (Theodore W. Gray, 2003)

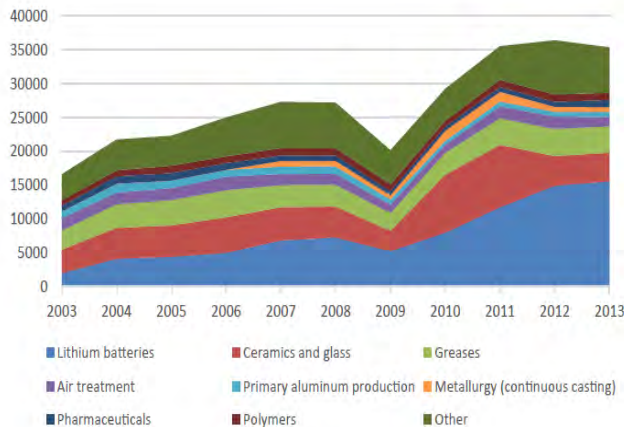
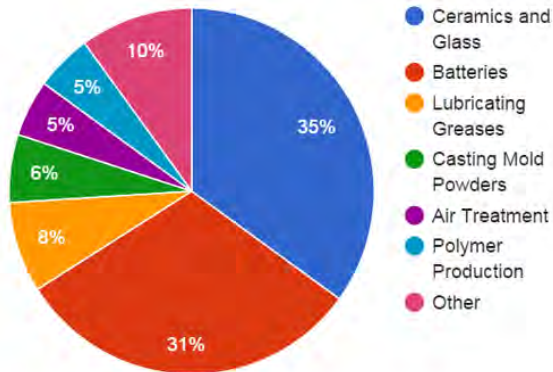
Lithium merupakan bahasa Yunani dari kata “lithos” yang berarti batu. Lithium pertama kali di temukan oleh Johann Augustus Arfvedson, salah satu mahasiswa Jöns Jakob Berzelius, pada tahun 1817 ketika menganalisis petalite ($\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$) (Kamiensiki et al., 2005).

Lithium memiliki beberapa aplikasi termasuk sebagai baterai *rechargeable*, kaca tahan panas, paduan ringan dengan kekuatan tinggi pada pesawat dan keramik, secara terperinci pada Gambar 2.2 yang dibuat oleh Brian W. Jaskula *(US Geological Survey, 2015)* untuk estimasi penggunaan Lithium pada tahun 2014. Jaskula mengatakan bahwa penggunaan Lithium pada baterai semakin meningkat secara signifikan pada beberapa tahun terakhir dikarenakan baterai Lithium *rechargeable* yang semakin banyak digunakan pada peralatan elektronik *portable*, terutama pada *smartphone* dan laptop.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Total produksi Lithium pada tahun 2014 adalah 36.000MT, dengan 31% adalah untuk baterai.



Gambar 2. 2 Penggunaan Lithium di dunia 2014 (US Geological Survey, 2015)



2.1.1 Sumber Lithium

Lithium merupakan unsur yang secara luas dapat ditemukan di sebagian batuan, tanah dan sumber air alam. Diperkirakan jumlah rata rata Lithium di kerak bumi sebesar 20 ppm; air laut sebesar 0.18 ppm.

Dalam air laut atau brines, Lithium terbentuk dengan senyawa LiCl . Selain itu, Lithium juga dapat ditemukan pada Fluida Geothermal. Pada tahun 2015 *US Geological Survey* mengestimasi bahwa terdapat 13,5 miliar ton cadangan Lithium diseluruh dunia. Dengan cadangan terbesar berada di Chili dengan jumlah 7,5 miliar ton dan sisanya berada pada China, Amerika, Canada dan negara -negara lain.

Beberapa contoh mineral Lithium yaitu :

- Eucryptite [LiAlSiO_4], mengandung sekitar 12% LiO_2
- Triphylite [Li(Fe,Mn)PO_4], mengandung sekitar 9.5% LiO_2
- Lithiophilite [Li(Mn,Fe)PO_4], 9.5% LiO_2
- Spodumene [$\text{LiAl(SiO}_3)_2$] 8.02% of LiO_2
- Amblygonite [LiAl(F,OH)PO_4], 7.4% of LiO_2

Tabel 2. 2 Conversion Factors to Convert Lithium Compounds Grades into Lithium Metal Grades (Lithium Process Chemistry, 2015)

	Formula	Li Metal Content
Lithium metal	Li	100%
Lithium carbonate	Li_2CO_3	18.79%
Lithium oxide	Li_2O	46.46%
Lithium hydroxide	LiOH	28.98%
Spodumene	$\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$	3.73%
Petalite	$\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$	2.27%
Lepidolite	$\text{KLi}_2\text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{OH,F})_2$	~ 1.92%
Lithium chloride	LiCl	16.37%
Lithium bromide	LiBr	7.99%
Butyllithium	$\text{C}_4\text{H}_9\text{Li}$	10.84%

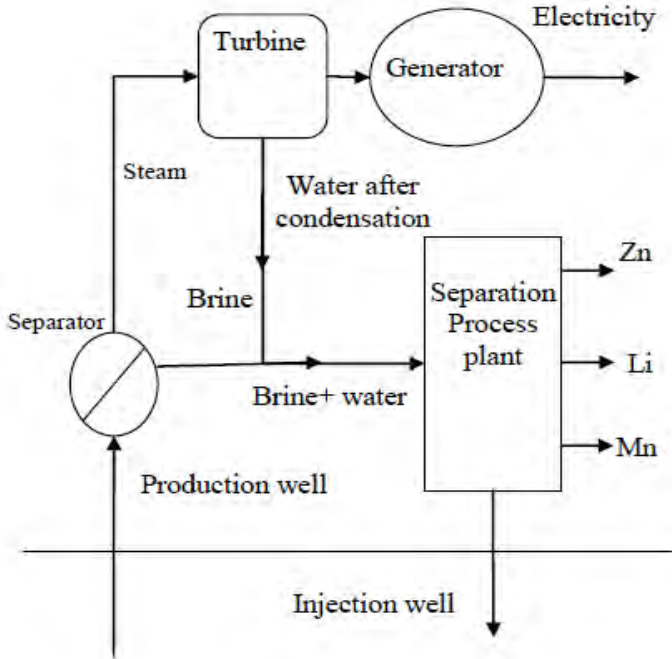


Karena konsentrasi yang relatif tinggi Lithium juga terjadi pada sedimen tanah seperti clays. Salah satu clay ini adalah hektorit ($\text{Na}_{0.33} [\text{Mg}, \text{Li}]_3 \text{Si}_4 \text{O}_{10} [\text{F}, \text{OH}]_2$) yang mengandung 0,7-1,3% Li_2O dan ditemukan dekat Hector California (Averill dan Olson, 1977). deposito Lithium tanah liat besar ditemukan di Nevada, California, Utah, Oregon, Wyoming, Arizona dan New Mexico (Garrett, 2004; Hamzaoui et al, 2003.). Sumber clay yang adalah micaceous waste clay di China, Montmorillonite di Egyptian. Meskipun clays adalah sumber penting ketiga Lithium, hingga saat ini tidak ada produsen atau perusahaan yang memproduksi Lithium secara komersial dari clays karena ekstraksi clays dianggap kurang ekonomis dibandingkan dengan mineral dan brines atau air asin (Buyukburc et al, 2006;. Averill dan Olson, 1977).

Sumber lain Lithium adalah fluida Geothermal. Fluida geothermal merupakan air dan uap panas yang bereaksi dengan bebatuan didalam kerak bumi sehingga memiliki kandungan mineral. Kandungan pada fluida geothermal sendiri bermacam-macam. Hal ini tergantung karena bebatuan kerak bumi yang dipengaruhi oleh Temperature dari dalam bumi.

Sering kali, Fluida Geothermal memiliki kandungan Lithium yang cukup tinggi sehingga berpotensi sebagai sumber Lithium alternatif (Bakane, 2013). Hingga sekarang pengolahan Lithium dari sumber Fluida Geothermal belum dilakukan secara komersial.

Namun, ada beberapa peneliti telah memberikan rencana dalam pengolahan Lithium Fluida Geothermal. Salah satunya Harrison (2010) dengan memanfaatkan pembangkit listrik tenaga panas bumi (menggunakan Fluida Geothermal sebagai sumber energi). Sumur produksi yang menghasilkan Fluida Geothermal digunakan untuk memutar turbin bisa diolah terlebih dahulu agar didapatkan kandungan Lithiumnya sebelum dimasukkan lagi kedalam bumi seperti ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2. 3 Pengolahan Lithium dengan sumber Fluida Geothermal (Harrison, 2010)

Di Indonesia ada beberapa fenomena Fluida Geothermal. Salah satunya adalah Lumpur Sidoarjo, Fluida Geothermal yang tercampur oleh tanah dan bebatuan, terjadi sejak tahun 2006 hingga kini. Fenomena ini menimbulkan kerugian yang sangat besar, dari perindustrian serta pemukiman penduduk harus dipindahkan. Pada tahun 2011 debit lumpur yang dikeluarkan mencapai $10.000\text{m}^3/\text{hari}$, dan semburan ini akan terjadi hingga 25-30 tahun lagi (Davies, 2011).

Meskipun menimbulkan kerugian yang sangat besar, menurut hasil penelitian Wataru Tanikawa (2011) menunjukkan kandungan Lithium yang cukup tinggi, sebesar 5 ppm(mg/L) terdapat di Lumpur Sidoarjo.



Dengan perhitungan antara debit Lumpur Sidoarjo dengan kandungan Lithium dari lumpur, paling tidak dalam satu hari terdapat 50 kg Lithium yang dikeluarkan dari Lumpur Sidoarjo. Hal ini diamsusikan bahwa debit Lumpur Sidoarjo dan kandungan Lithium yang konstan dalam satu tahun. Lumpur Sidoarjo dapat menghasilkan Lithium sampai sebanyak 18 ton.

2.2 Proses Produksi Lithium

Lithium merupakan logam alkali, sangat reaktif. Karena sifatnya yang reaktif, logam Lithium di alam tidak terdapat secara bebas, sehingga logam ini harus dipisahkan terlebih dahulu dari sumber-sumber yang mengandung logam Lithium (Chen, 1973). Lithium biasanya terdapat pada batu-batuan berapi dan pada sumber-sumber mineral. Lithium yang diekstraksi dari biji Lithium pada umumnya memerlukan proses *recovery* kimiawi dengan energi intensif yang mahal. Selain dari biji Lithium, terdapat sumber alternatif Lithium yaitu dari *clay* dan air yang memiliki kandungan garam seperti sumber geothermal berupa *brine* (air asin di bawah permukaan tanah akibat pengeboran panas bumi) dan air laut sisa penguapan (*bittern*)

Metode ekstraksi mineral biasa tidak dapat digunakan dalam ekstraksi Lithium karena alasan berikut (Habashi, 1997; Thorpe, 1922):

- Tidak dapat diisolasi dengan pengurangan oksida atau senyawa lain, karena merupakan reduktor yang sangat kuat.
- Logam alkali tidak dapat diekstraksi dari bijih dengan elektrolisis dalam larutan, logam yang terbentuk akan segera bereaksi dengan air memberikan hidroksida sebagai gantinya.
- Lithium dan semua logam alkali lainnya bereaksi hebat dengan air, mereka membakar atau bahkan meledak. logam ini tidak dapat dibuat dari setiap larutan garam dengan metode perpindahan normal.



Ada banyak cara untuk mengekstrak Lithium, tergantung dari bahan apa yang akan digunakan. Untuk bahan yang berasal dari larutan atau brines, terdapat metode seperti *Electrolysis*, *Adsorption*, *Ion Exchange* dan *Solvent*.

Untuk ores yang mengandung Lithium juga berbeda dalam mengekstraksi Lithium. Metode yang biasanya digunakan tergantung dengan jenis oresnya. Biasanya ores yang mengandung Lithium ini seperti Spodumene, Lepidolite, Zinnwaldite. Amblygonite dan Petalite.

Selain dari ores dan Larutan, Lithium biasanya terdapat dalam clays atau lumpur. Lithium yang terkandung dalam clays akan digunakan metode multiple reagent-roast water leach, sulfur dioxide roast-water leach, HCL roast-water leach dan limestone-gypsum roast-water leach.

2.3 Processing Lithium from Brines

Recovery Lithium merupakan pemurnian Li dari brines atau air asin yang tujuan utamanya untuk mengurangi waktu yang dibutuhkan *concentrating* Li dari w1% di brines menjadi w6% Li. Pengumuman teknologi baru untuk *recovery* brines yang telah dikembangkan oleh *Korean steel maker Posco at its Research Institute of Industrial Science and Technology (RIST)* ternyata menghasilkan Li yang sangat melimpah, sehingga metode ini diharapkan dapat memperbaiki metode *recovery* Li yang telah ada. Rist telah mengembangkan teknologi baru ini sejak 2012 dan mulai bekerja pada Juni 2014 pada demonstrasi beroperasi penuh di Argentina Jujuy Provinsi, mampu menghasilkan 200 tpa Li dengan produksi penuh diharapkan datang on line pada tahun 2016.

2.3.1 Electrolysis

Sebuah teknik baru ditemukan berdasarkan sel elektrolit yang bergantung pada penggunaan *anionic selective membrane* untuk secara tidak langsung mentransfer Li yang dihasilkan dari

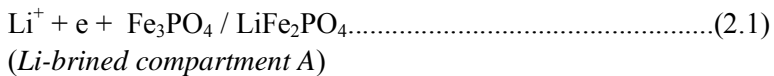


BAB II TINJAUAN PUSTAKA

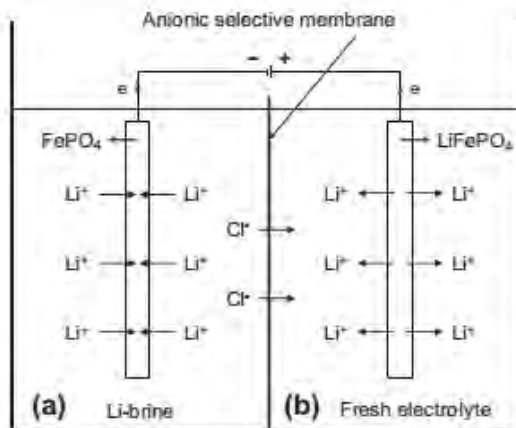
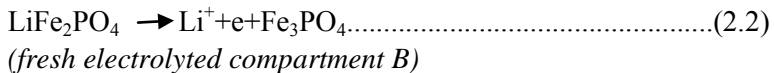
elektroda LiFe_3PO_4 yang secara selectif menjadi Fe_3PO_4 . Skema diagram ini menunjukkan kemungkinan aplikasi dari sel ini untuk *selectively recover* Li dari *brines* sel ini untuk selektif pulih Li dari air asin ditunjukkan pada Gambar 2.4

Reaksi redoks yang terlibat adalah:

Negative electrode: Reduction / Interkalasi



Positive electrode: Oxidation / Deinterkalasi



Gambar 2. 4 Skema diagram dari sel elektrolisis untuk recovery Lithium yang menggunakan LiFeO_4 dan FePO_4 sebagai elektroda

Ketika arus melewati sel ini, ion Li dari Li yang mengandung air garam (kompartemen A) mulai terinterkalasi ke FeSO_4 pada elektrode negatif (proses reduksi). Pada saat yang



sama, Li ion mulai “deinterkalasi” dari LiFePO_4 di elektroda positif (proses oksidasi) di kompartemen B dari sel.

Proses ini dapat *voltage-controlled* yang berguna untuk meminimalisasi ion Na dan Mg yang berpartisipasi dalam proses pemindahan Li. Ketika elektroda di A penuh dengan Li, maka Fe_3PO_4 akan dig anti dengan Fe_3PO yang baru agar proses dapat berlanjut. Akibatnya, Li akan berpindah dari (A) dan akan terkonsentrasi di elektrolit murni (B). Teknik ini merupakan kebalikan dari kegunaan elektrolisis untuk *water desalination* sebagai elektrolit yang terkonsentrasi dalam teknik ini. Teknik ini juga dapat digunakan untuk pertukaran ion Li dari elektrolit (B) yang mengandung Li.

2.3.2 Adsorption

Metode Adsorpsi adalah salah satu cara *recovery* Lithium dengan sumber berupa likuid, beberapa peneliti menggunakannya pada *brines* dan air laut, secara garis besar prosesnya ialah menggunakan adsorben inorganik yang dicelupkan pada air sumber Lithium dan adsorben tersebut akan menyerap Lithium dari sumber tersebut.

Di dalam *brines* atau air laut biasanya mengandung Mg, Na, K, dan Ca yang digunakan untuk mengetes apakah ion ion tersebut dapat digunakan sebagai adsorben. Hal ini berguna untuk mengetahui manakah adsorben yang kapasitas dalam mengikat Li paling besar. Ini ditunjukkan dalam Tabel 2.3



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Tabel 2. 3 Recovery Lithium dari metode Adsorption yang menggunakan Adsorben. (Lithium Process Chemistry, 2015)

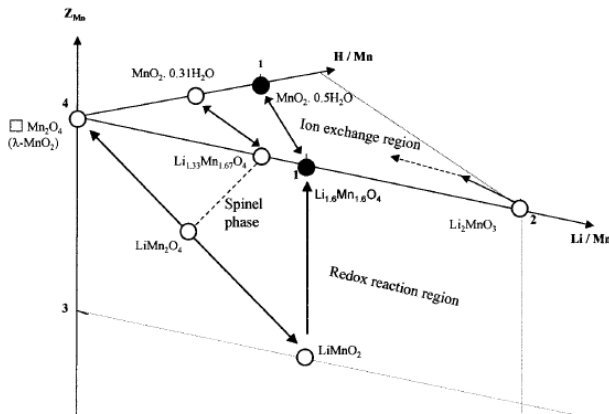
Adsorption			
Material	Adsorben	Ext. (%)	Cap. (mg/g)
Salar de Uyuni brine	$\text{Li}_{0.15}\text{H}_{0.76}\text{Mg}_{0.40}\text{MnIII}_{0.08}\text{MnIV}_{1.59}\text{O}_4$ derived from magnesium-doped LMO	58	23–25
	Layered H_2TiO_3 derived from Li_2TiO_3	Unstated	32
Brine	Nanocrystalline MnO_2 derived from LmnO	Unstated	~6.3
	Aluminum hydroxide gel	60	
	Hydrated aluminum oxide	96	
Seawater	$\text{H}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ derived from $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$	Unstated	~8.5
	Composite nanofiber $\text{H}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ derived from $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$		~7.4
	Cylinder-type LMO	Unstated	~15.1
	LMO powder		~27.6
	$\text{H}_{1.39}\text{Li}_{0.01}\text{Mn}_{1.65}\text{O}_4$ derived from $\text{Li}_{1.57}\text{Mn}_{1.65}\text{O}_4$	76	8
	$\text{MnO}_2 \cdot 0.10\text{Sb}_2\text{O}_5 \cdot 1.3\text{H}_2\text{O}$ derived from spinel-type $\text{Li}_{1.16}\text{Sb(V)}_{0.29}\text{Mn(III)}_{0.77}\text{Mn(IV)}_{0.77}\text{O}_4$	28	14
	$\text{MnO}_2 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$ derived from $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$	74	37



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

	Millimeter-sized spherical ion-sieve foam derived from spinel LMO	>95	3.4
	Tin antimonate	99	~0.4
	Titanium antimonate	100	~1.25
	Granulated HMnO derived from LMO	85	2.9
	$H_{1.6}Mn_{1.6}O_4$ derived from $Li_{1.6}Mn_{1.6}O_4$	61	35
	Delithiated membrane-type $Li_{1.33}Mn_{1.67}O_4$	Unstead	10.6

Senyawa yang sering kali diteliti sebagai media adsorben contohnya ialah senyawa berbasis Lithium Mangan Oksida, salah satunya $LiMn_2O_4$ yang disintesa oleh Chung (2004). Senyawa tersebut termasuk didalam bentuk Lithium Mangan Oksida Spinel (Gambar 2.5).



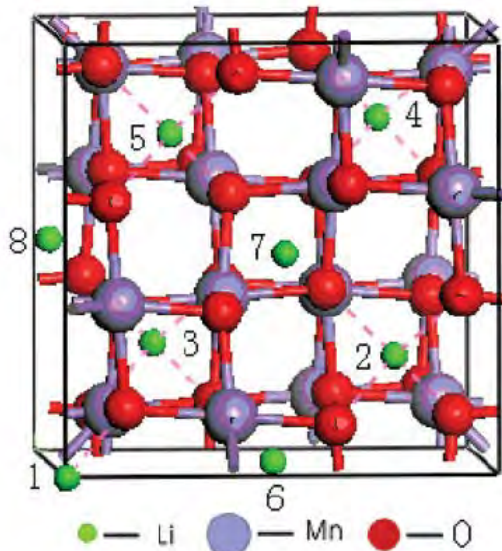
Gambar 2.5 Diagram Fasa dari Lithium Mangan Oksida serta delithiated product-nya. (Chitrakar, 2000)

Beberapa peneliti seperti Ooi (1991) menyebutkan bahwa Lithium Mangan Oksida yang berbentuk Spinel seperti Gambar 2.6 memiliki sifat-sifat yang sangat menguntungkan sebagai



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

adsorben seperti tidak beracun, murah, memiliki stabilitas kimia yang tinggi serta keluar masuknya Li^+ secara topotaktis. Karena beberapa alasan tersebut maka senyawa ini sering digunakan sebagai adsorben inorganik dan juga elektroda baterai.



Gambar 2. 6 Struktur kristal dari Lithium Mangan Oksida Spinel(Ning et al, 2006)

Lithium Mangan Oksida Spinel yang secara formula umum dapat diekspresikan menjadi $\text{Li}_n\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ ($1 \leq n \leq 1.33$; $0 \leq x \leq 0.33$; $n \leq 1+x$) (Feng, 1992). Atau juga bisa ditulis seperti ini $(\text{Li})[\text{Li}_x\text{Mn}_{2-x}]\text{O}_4$ dimana (Li) menunjukkan 8a tetrahedral *site* dan $[\text{Li}_x\text{Mn}_{2-x}]$ menunjukkan 16d octahedral *sites*, oksigen sendiri akan menjadi rangka berbentuk *cubic closed packed* dalam struktur Spinel Lithium Mangan Oksida ini, x bisa diisi dari 0 sampai dengan 0.33 yang dapat membentuk beberapa Lithium Mangan Oksida Spinel seperti LiMn_2O_4 , $\text{Li}_{1.14}\text{Mn}_{1.86}$, $\text{Li}_{1.33}\text{Mn}_{1.67}\text{O}_4$ dan lain lain (Wang et al, 2006).



Namun Lithium Mangan Oksida yang memiliki kemampuan menyerap Lithium terbaik adalah dengan menggunakan $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ seperti yang dilakukan Chitrakar (2000). Secara komposisi kimia sebenarnya Lithium Mangan Oksida yang disintesa oleh Chitrakar ini sudah menyimpang dari komposisi teoritis struktur Spinel yang seperti saya sebutkan diparagraf sebelumnya. Tapi hasil yang didapat oleh Chitrakar menunjukkan struktur kristal berbentuk Spinel, menurutnya ada beberapa kemungkinan yang dapat menjelaskan fenomena ini, seperti adanya Lithium berlebih pada 16c oktahedral site $(\text{Li})_{8a}[\text{Li}_{0.2}]16c[\text{Li}_{0.4}\text{Mn}_{1.6}]16d\text{O}_4$. Namun diakuinya juga perlu dilakukan pengujian lebih lanjut misalnya *neutron diffraction analysis* untuk mengetahui secara tepat distribusi Lithium pada struktur kristal yang ada. Chitrakar menggunakan metode hidrometalurgi untuk mensintesa $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$, dari penelitiannya tersebut diketahui Lithium Mangan Oksida ini memiliki kemampuan *Lithium uptake* sampai 37mg/g.

2.3.3 Ion exchange and solvent

Ion exchange and solvent extraction telah diuji untuk *recovery* Li. Pelarut seperti TBP, TOPO, heptafluoro-7,7-dimetil-4-6-octanedione (HD MOD), dll, atau campuran dari ini telah digunakan untuk memisahkan Li dari brines. Resin sintesis seperti Zeo-Karb 225, Dia-ion SK, dan AG50W-X8 yang mengandung gugus fungsional sulfonat dan resin pengkhelat juga telah digunakan untuk meningkatkan Li dari sintesis yang berbeda *synthetic liquors*. Namun penelitian ini jarang dilakukan di lapangan karena kurang efektif.

2.4 Processing Lithium from clays

Lithium sering ditemukan dalam *clays* seperti montmorillonite, kaolinite, hektorit, dll, di berbagai tingkatan mulai 7-6000 proses ppm. Kimia *treating clays* untuk *recovery* Lithium yang ditunjukkan pada Tabel 2.4 Pada tahun 1988, Crocker dari Biro Pertambangan AS melaporkan studi ekstensif



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

untuk *recovery* Lithium dari *low grade Nevada clays*. Menggunakan *clays* McDermitt B yang mengandung 0,64% Li, dilakukan beberapa metode yang diterapkan untuk mengekstrak Lithium termasuk *Multiple-reagent roast water-leaching*, *Sulfur dioxide roast-water leach*, *HCL roast-water leach*, *Limestone gypsum water leach*.

Tabel 2. 4 Hasil pengolahan dan penelitian menggunakan Clays. (Lithium Process Chemistry, 2015)

Material	Roasting		Leaching/Pressure Leaching		Max. Li Recovery (%)	Final Product Purity
	Additive	Temp. (°C)	Extractant	Temp. (°C)		
Montmorillonite clay	SO ₂	700	H ₂ O	Unstated	~86	Not included
	Anhydrous HCl	700	H ₂ O	80	~70	
	CaCO ₃ + HCl	750	H ₂ O	80	~80	Li ₂ CO ₃
	Gypsum + limestone	1000	H ₂ O	Unstated	~90	Li ₂ CO ₃ - 99%
Boron clay	Gypsum + limestone	915	H ₂ O	Ambient	~88	Li ₂ CO ₃
hectorite	Dolomite + CaSO ₄	1000	H ₂ O	95	92	Li ₂ CO ₃ , LiOH
montmorillonite clay	Not included		NaOH/KOH / Na ₂ CO ₃ /K ₂ CO ₃	85	66	



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

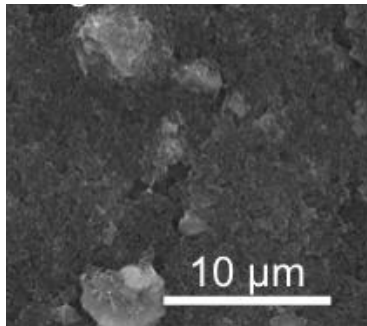
		Conc. H_2SO_4	85– 100		
Bentonite clay	Not included	7M H_2SO_4	250	~90	Li_2CO_3
Granite	Not included	120 g/L H_2SO_4	260	~68	Not includ ed
		300 g/L HCl	90	~76	
Pegmatite		120 g/L H_2SO_4	260	~71	120 g/L H_2SO_4
		300 g/L HCl	90	~49	300 g/L HCl

2.4.1 Sulfur dioxide roast-water leach

Untuk metode ini pernah digunakan dalam *extraction* Li dari montmorillonit hektorit *clays*. Metode ini terdiri dari dua tahap yang melibatkan pretreatment dari *clays* dengan aqueous base yang terdiri dari karbonat atau hidroksida dari natrium atau kalium, diikuti oleh pencucian asam sulfat. Metode ini telah dipatenkan oleh Kluksdahl. Pada awalnya, *clays* dibuat menjadi *slurry* dengan kaustik di 85° C selama 3 jam. Residu yang diperoleh setelah penyaringan kemudian dicuci dengan 95% H_2SO_4 pada 85° C selama 3 jam pada pH 1. *Slurry* kemudian dipanaskan pada 100° C selama 5 jam sebelum didinginkan sampai suhu lingkungan. *Recovery slurry* yang pertama dengan kapur dengan pH 7 dan sesudahnya dengan soda ash untuk pH 12 yang berguna untuk memisahkan kotoran. *Leach liquor* yang telah dimurnikan akhirnya berkarbonasi pada suhu tinggi dengan menambahkan soda abu untuk menghasilkan Li_2CO_3 .



BAB II TINJAUAN PUSTAKA



Gambar 2. 7 Hasil XRD Li_2CO_3 yang terbentuk (Stefano Meini, 2013)

Tabel 2. 5 Hasil-hasil penelitian sebelumnya

Peneliti	Metode	Hasil
Distin PA, Phillips CV (1982)	Ekstraksi menggunakan Li-bearing dari granite dan pegmatite dengan cara leaching. Leaching dilakukan dengan dua sample granite yang mengandung 0.5% dan 0.07% Li dengan larutan 120 g/L H_2SO_4 pada temperatur 260°C selama 3.5 h.	Menghasilkan 68.2% dan 55.6% Li. Namun, 71.3% Li terrecovered pada pegmatite (0.65% Li) ketika pressure-leached.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Kluksdahl HE (1986)	Clay atau lumpur direaksikan dengan NaOH pada temperature 85°C selama 3 jam kemudian di tambahkan H ₂ SO ₄ agar pHnya dapat bertahan menjadi 1 selama 3 jam. Slurry dipanaskan hingga mencapai 100°C selama 5 jam. Setelah itu didinginkan dan direaksikan dengan lime dan soda api.	Selama proses dilakukan hingga selesai, Lithium diperoleh melalui reactant lime dan soda api yang menghasilkan 60% Li berupa Li ₂ CO ₃
Crocker L, Lien RH, May JT, Witkowsky DS, Seidel DC (1988)	Menggunakan McDermitt B liat mengandung 0,64% Li, beberapa metode yang diterapkan untuk mengekstrak Lithium termasuk multiple-reagent roasdwater leach, sulfur dioxide roasdwater leach, HCl roasdwater leach, and limestoneegypsum roasdwater leach.	Karbonasi dari minuman keras resapan menggunakan Na ₂ CO ₃ diproduksi 99% murni Li ₂ CO ₃ dan natrium dan kalium sulfat garam juga pulih seperti oleh-produk
Buyukburç A, Koksai G. (2005)	Menggunakan proses gypsumelimestone untuk mengekstrak Lithium dari boron clay yang mengandung 0. 2% Li. Setelah itu ditambahkan beberapa zat additive dan kemudian di sinter pada temperatur 915°C selama	Dari proses recovery menghasilkan sekitar 88% Li kemudian ditambahkan Na ₂ CO ₃ agar dapat di endapkan dan di uapkan. Sehingga hasil akhirnya



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

	110 menit dan di kalsinasi dengan air. Lalu, di leaching pada temperatur ruangan.	berupa Li_2CO_3 .
Amer AM (2008)	Clay di larutkan dengan 7M H_2SO_4 yang kemudian di panaskan pada temperatur 250°C dalam autoclave.	Proses leaching kemudian di uapkan yang menghasilkan Li_2CO_3 dengan kemurnian 90% Li pada temperature 250°C
Zbranek V, Bertolli S, Vargas P. (2013)	Clay yang terdiri dari dolomit dan montmorillonit di campur dengan CaSO_4 agar Li dalam clay terangkat keluar (0.1-1%Li). Setelah itu di leaching dengan menggunakan air dan diroasting.	Pada temperatur 1000°C kalsinasi dilakukan selama 1 jam yang kemudian di leaching pada temperatur 95°C selama 0.5 jam yang menghasilkan 92% Li.
Gede Panca Ady Sapputra dan Lukman Noerochim (2014)	Menggunakan 0,957 gr MnO_2 dan 0,132 LiOH kemudian di stirring selama 30menit. Temperature kalsinasi adalah 200°C dengan variasi waktu, 24, 48 dan 72 j am. <i>Acid treatment</i> dengan 2 L iter HCL 0,5M.	Efisiensi adsorpsi yang terbesar dimiliki oleh Lithium Mangan Oksida Spinel (LiMn_2O_4) dengan waktu hidrotermal 72 jam. Sedangkan efisiensi desorpsi yang terbesar dimiliki oleh Lithium Mangan



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

		Oksida Spinel (LiMn_2O_4) dengan waktu hidrotermal 24 jam
Yusuf Kurniawan dan Lukman Noerochiem (2014)	Menggunakan proses hidrothermal dengan sintesa MnO_2 dan LiOH . Dengan variasi temperature kalsinasi 160°C , 180°C dan 200°C selama 24jam. Proses <i>acid treatment</i> dengan HCL 0,5M selama 48jam.	LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan hidrotermal 160°C memiliki efisiensi adsorpsi paling tinggi sebesar 42,39%. Sedangkan LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan hidrotermal 200°C memiliki efisiensi desorpsi paling tinggi sebesar 1,21%. Secara keseluruhan material yang memiliki efisiensi adsorpsi dan desorpsi paling baik adalah LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan 200°C .
Gita Akbar dan Lukman Noerochiem (2014)	Menggunakan proses <i>solid state</i> dengan sintesa MnO_2 dan Li_2CO_3 . Sintesa divariasikan pada rasio mol Li/Mn, yaitu 0,5. 0,8 , 1 dan 2. Kalsinasi pada temperature 500°C selama	Adsorben LMO dengan struktur Spinel kristal memiliki kemampuan menyerap Lithium paling tinggi pada



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

	5jam. Proses <i>acid treatment</i> selama 24jam didalam 0,5M HCL.	rasio mol Li/Mn 1 dengan Lithium Uptake sebesar 6,6 mg/g, pada LMO 2 yang berstruktur Monoklinik tidak dapat menyerap Lithium
--	---	---



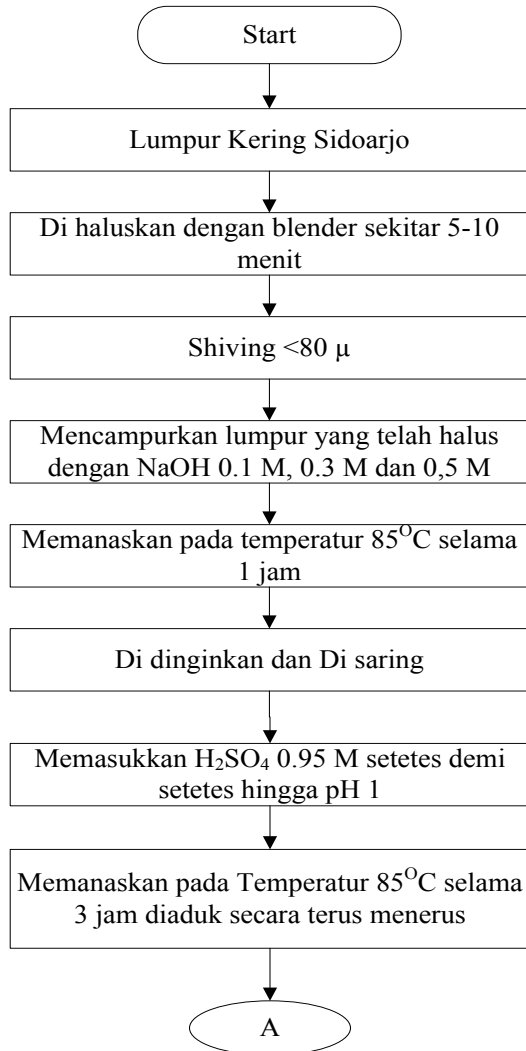
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

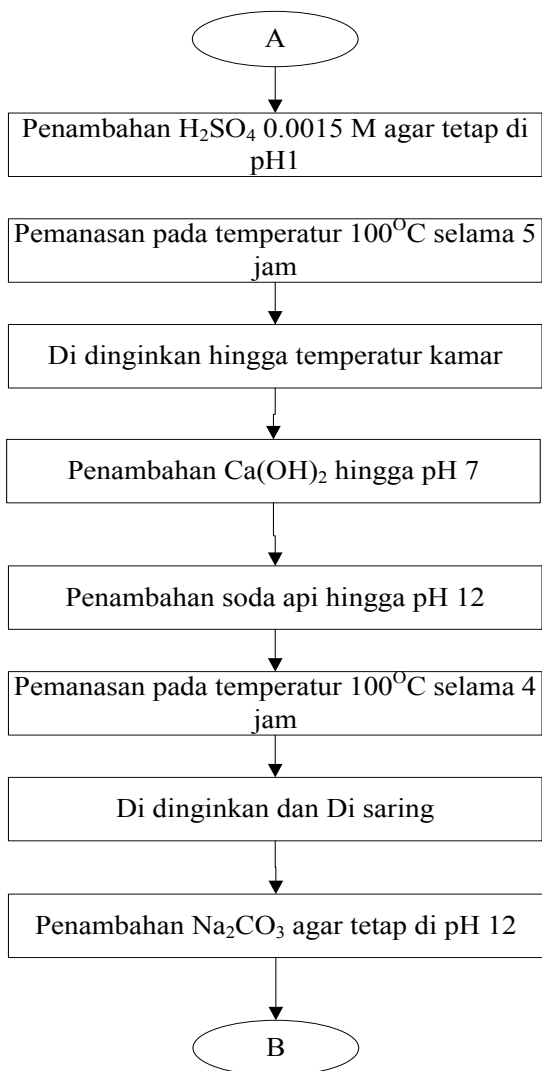
(Halaman ini sengaja dikosongkan)

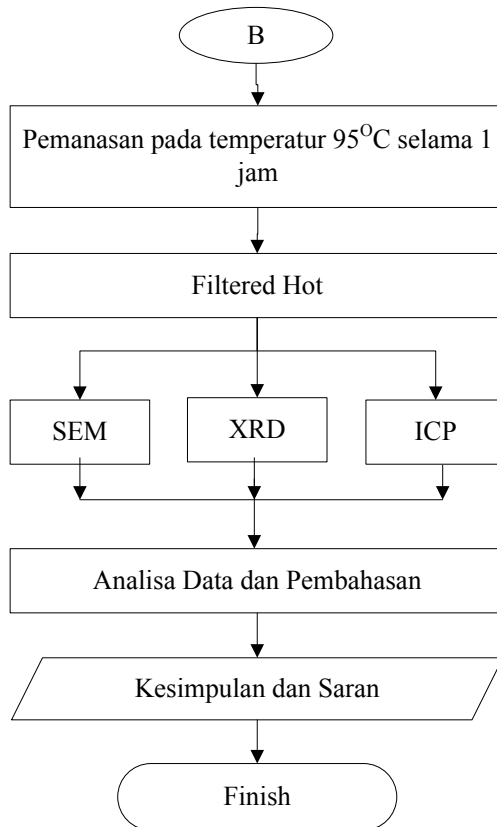
BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian







Gambar 3. 1 Diagram proses ekstraksi lithium pada lumpur Sidoarjo

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

- Lumpur Sidoarjo
- NaOH 0.1 M (SAP)
- H₂SO₄ 3N (Bratachem)
- lime Ca(OH)₂ (Bratachem)



e. Soda ash (Na_2CO_3)

3.3 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

1. Neraca Analitik (Digital)
Digunakan untuk menimbang massa lumpur yang sudah dikeringkan.
2. Ball Mill
Untuk menghaluskan partikel lumpur kering sehingga ukuran partikelnya menjadi 500 micron.
3. Beaker Glass
Digunakan untuk pembuatan larutan
4. Wadah 5 Liter
Digunakan sebagai tempat larutan NaOH untuk acid treatment.
5. Pipet tetes
Digunakan untuk memasukkan larutan asam sulfat setetes demi setetes kedalam campuran NaOH dan lumpur yang sudah di treatment.
6. Hot plate
Digunakan untuk mengeringkan lumpur dan memansakan slurry.
7. *Glove*
Untuk melindungi tangan saat bekerja dengan bahan bahan berbahaya.
8. Saringan
Untuk memisahkan solid yang tidak bereaksi, magnesium dan kalsium karbonat hasil pemanasan.
9. ICP (*Inductively Coupled Plasma*)
Digunakan untuk mengetahui kandungan unsur Lithium pada larutan sebelum dan sesudah proses recovery.
10. SEM (*Scaning Electron Microscope*)



Digunakan untuk menganalisis dan mengetahui unsur unsur yang terdapat dalam lumpur.

11. XRD (*X-ray Diffraction*)

Digunakan untuk mengetahui senyawa senyawa yang terdapat dalam Lumpur Sidoarjo.

3.4 Metode Penelitian

3.4.1 Preparasi Lumpur

- 1 Memasukkan lumpur kedalam gelas vessel, kemudian dipanaskan diatas hot plate pada temperatur 150 °C sekitar 2 jam, hingga lumpur kering seperti tanah.
- 2 Melakukan uji XRD dan SEM-EDAX untuk mengetahui unsur unsur dan senyawa senyawa yang terkandung didalam lumpur.
- 3 Mengambil 300g lumpur yang sudah dikeringkan dengan menggunakan timbangan digital.
- 4 Lumpur kering dihaluskan dengan menggunakan ball mill selama 5 sampai 10 menit.
- 5 Melakukan penyaringan pada lumpur hasil ball mill sehingga didapatkan partikel lumpur berukuran sekitar 500 micron dengan berat 200g.

3.4.2 Pembuatan Slurry

- 1 Menyiapkan larutan NaOH 2000ml 0.25M, 0.5 M dan 0.75M didalam gelas vessel ukuran 5L.
- 2 Memasukkan partikel lumpur kedalam larutan NaOH kemudian dipanaskan pada temperatur 85 °C selama 1 jam hingga membentuk slurry.
- 3 Mendinginkan slurry dan melakukan penyaringan untuk mengambil bagian yang solid.

3.4.3 Oksidasi

- 1 Menetesi solid secara perlahan dengan Asam sulfat (95%) sebanyak 7.2 ml dan melakukan pengadukan untuk menetralkan solid yang menghasilkan slurry.



2. Slurry yang terbentuk mengandung 10% padatan dan memiliki pH 1.0
3. Menambahkan 36.6 ml H_2SO_4 1.5 M yang kemudian dipanaskan pada temperatur 85°C selama 3 jam dengan pengadukan secara terus menerus untuk menjaga pH.

3.4.4 Leaching

1. Memanaskan slurry pada temperatur 100°C selama 5 jam dan didinginkan di temperatur kamar.
2. Slurry yang telah dingin diberikan treatment dengan lime pH 7 dan soda api pH 12 yang kemudian dipanaskan pada temperatur 100°C selama 4 jam.
3. Menyaring slurry untuk menghilangkan solid yang tidak berreaksi dengan magnesium dan Calcium Carbonat.
4. Menambahkan solution dengan natrium karbonat pH 12 yang kemudian dipanaskan pada temperatur 95°C .
5. Menyaring solution yang memiliki temperatur 95°C .
6. Memfiltrasi solution untuk mendapatkan Lithium karbonat.

3.5 Pengujian Karakterisasi Material

3.5.1 X-ray Diffraction (XRD)

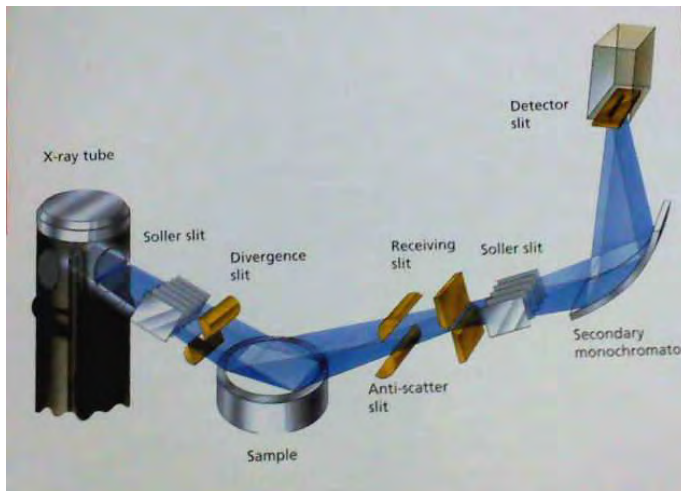
Pada penelitian ini untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada sampel maka dilakukan pengujian XRD menggunakan instrument PANAnalytical dengan *range* sudut 10° - 90° dan menggunakan panjang gelombang $\text{CuK}\alpha$ sebesar 1.54056 \AA yang dilakukan di jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS. Sebelum dilakukan pengujian XRD dilakukan preparasi terhadap sampel berupa digerus terlebih dahulu menggunakan mortar agar didapatkan ukuran yang homogen, kemudian sampel diletakan di tengah-tengah *plate* agar tepat pada titik fokus hamburan sinar-X.

Secara umum prinsip kerja XRD ditunjukkan oleh Gambar 3.2 pengujian XRD. Generator tegangan tinggi berfungsi sebagai sumber daya sinar-X



1. Sampel berbentuk serbuk diletakkan diatas tatakan (*palate*) yang dapat diatur.
2. Berkas sinar-x didifraksikan oleh sampel dan difokuskan melewati celah, kemudian masuk ke alat pencacah. Apabila sampel berputar sebesar 2θ maka alat berputar sebesar θ .
3. Pola difraksi sinar-x direkam dalam bentuk kurva intensitas terhadap sudut difraksi.

Untuk menentukan fasa yang terbentuk dapat dilakukan dengan metode pencocokan terhadap difraksi acuan. Pada penelitian ini digunakan data standar yang diperoleh melalui Joint Committee of Powder Diffraction Standart (JCPDS).



Gambar 3. 2 Skema kerja X-Ray Diffraction (XRD)

Melalui bantuan *software highscore plus* pertama dilakukan pencarian puncak-puncak difraksi dari sampel (*search peak*), kemudian dilakukan pencocokan terhadap JCPDS untuk menentukan apakah peak dari hasil XRD cocok dengan peak dari



JCPDS, dan apabila ditemukan puncak lain dengan intensitas tinggi namun tidak bersesuaian dengan JCPDS sebagai acuan dapat dikatakan ada suatu pengotor yang harus diidentifikasi.

3.5.2 Scanning Electron Microscop (SEM)

Pada penelitian ini menggunakan mesin SEM Inspect S50 menggunakan energy 20 kV dan diambil foto morfologi dengan perbesaran 5000x, 15000x dan 25000x. Preparasi specimen dilakukan dengan cara digerus menggunakan mortar. Pengujian SEM dilakukan di laboratorium karakterisasi jurusan Teknik Material dan Metalurgi ITS.

SEM (*Scanning Electron Microscope*) adalah salah satu jenis mikroskop electron yang menghasilkan gambar dari sampel dengan menggunakan electron yang terfokus. Electron berinteraksi dengan electron pada sampel, menghasilkan beberapa jenis sinyal yang dapat dideteksi dan mengandung informasi tentang topografi permukaan sampel dan komposisinya. Mengamati permukaan pada dengan perbesaran $M = 10-100000 \times$, resolusi permukaan hingga kedalaman 3-100 nm. Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut:

1. Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.
3. Sinar elektron yang terfokus memindai (scan) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT).



Gambar 3. 3 Alat SEM

3.5.3 EDX (Energi Dispersive X-ray)

Energy Dispersive X-ray adalah suatu pengujian yang berguna untuk mengetahui unsur-unsur apa saja yang terdapat pada suatu material. Biasanya alat pengujian ini menjadi satu dengan alat uji SEM, karena pada dasarnya ialah sama menggunakan gelombang X-ray untuk mengeksitasi elektron yang terdapat pada senyawa tersebut yang nantinya ditangkap oleh detector untuk mengetahui senyawa apa tersebut.

Pada penelitian ini EDX digunakan untuk menguji sample untuk mengetahui unsure apa aja yang terdapat pada sample tersebut, pengujian ini sangat berguna karena dengan uji EDX kita dapat mengetahui apakah ada unsur-unsur yang merupakan kontaminan, atau adakah unsur-unsur yang merupakan reaktan yang tidak bereaksi.

3.5.4 ICP (Inductively Coupled Plasma)

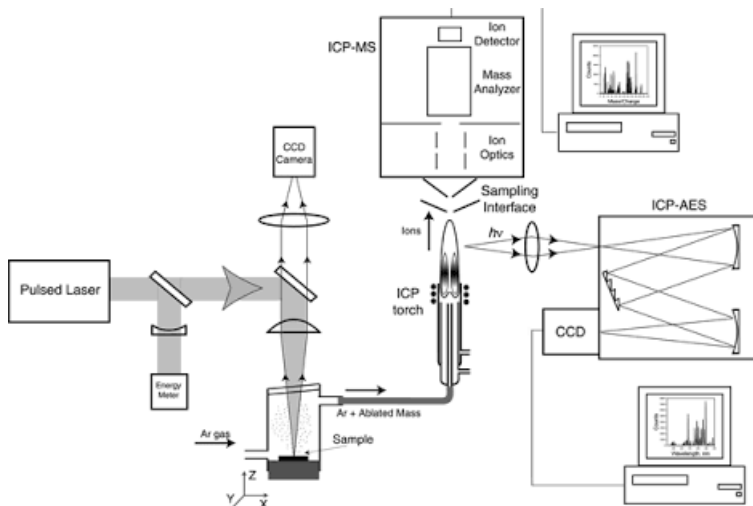
ICP adalah salah satu instrument yang berfungsi untuk menganalisa logam-logam pada larutan. ICP termasuk kedalam *spectro atomic* yaitu sebuah teknik yang digunakan untuk mendeteksi jejak logam pada sampel dan untuk mendapatkan karakteristik unsur-unsur yang memancarkan gelombang tertentu. Alat ini menggunakan metode *spectrophotometer* emisi yang artinya adalah metode analisis yang didapat pada pengukuran



BAB III METODOLOGI

intensitas emisi pada panjang gelombang yang khas dan ada sekitar 80 unsur yang dapat dianalisa.

Dalam penelitian ini, alat ICP digunakan untuk mengetahui jumlah unsur Litium yang terkandung pada larutan Lithium, baik sebelum *proses hydrometallurgy* maupun sesudah *hydrometallurgy*. Dengan menghitung unsur Litium menggunakan alat ICP, maka akan diketahui kemampuan *uptake* Litium.



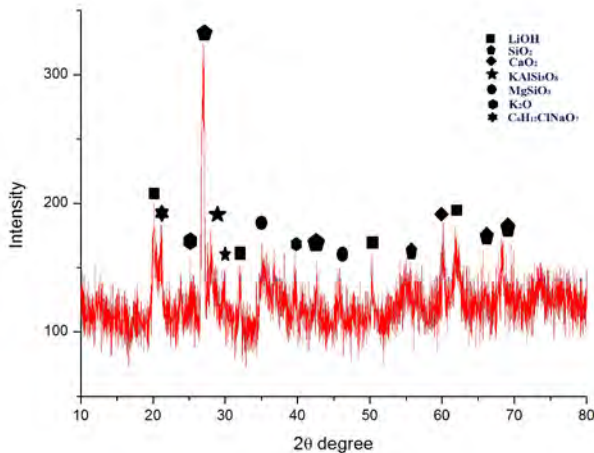
Gambar 3. 4 ICP (Inductively Coupled Plasma)

BAB IV

ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengujian XRD

Pengujian karakteristik lumpur kering Sidoarjo melalui XRD dilakukan dengan 3 (tiga) sample yang berbeda yang telah melewati proses ekstraksi dan sample Lumpur Sidoarjo. Sample yang berbeda tersebut terdiri dari variasi penambahan NaOH 0.1 M, penambahan NaOH 0.3 M dan penambahan NaOH 0.5 M. Hal ini dilakukan agar dapat menganalisa perubahan yang terjadi karena adanya perlakuan pada sampel. Pengujian XRD menggunakan mesin Phillips Analytical dengan range sudut 10o-80o dan panjang gelombang sebesar 1.54060 Å. Gambar 4.1 menunjukkan hasil XRD dari sample Lumpur Sidoarjo yang belum diekstraksi.

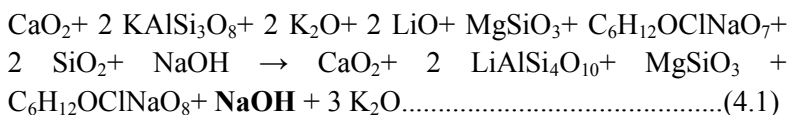


Gambar 4. 1 Hasil pengujian XRD dari sample Lumpur Sidoarjo yang belum di ekstraksi.

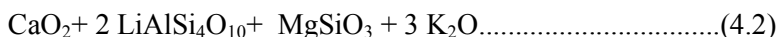


Dari hasil XRD lumpur kering Sidoarjo, lumpur kering Sidoarjo terdiri dari beberapa senyawa antara lain : CaO_2 , KAlSi_3O_8 , K_2O , LiO , MgSiO_3 , $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{OCINaO}_7$, dan SiO_2 . Senyawa senyawa tersebut direaksikan dalam penelitian ini sehingga menghasilkan senyawa yang di inginkan berupa Li_2CO_3 . Berikut adalah reaksi kimia yang terjadi dalam penelitian ini.

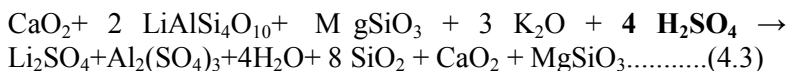
Lumpur kering berreaksi dengan NaOH



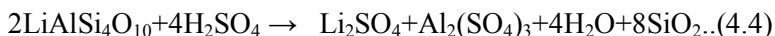
Setelah berreaksi dengan NaOH, lumpur di filtrasi dan diambil slurry dari penyaringan tersebut sehingga membuang senyawa $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{OCINaO}_8$ dan NaOH. Dari hasil filtrasi, menghasilkan senyawa sebagai berikut :



Setelah filtrasi, slurry ditambahkan H_2SO_4 sehingga menghasilkan reaksi berikut



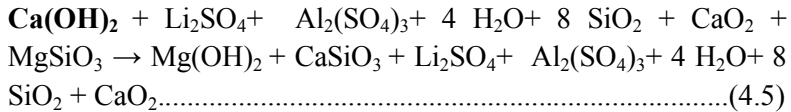
H_2SO_4 berreaksi dengan $\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$



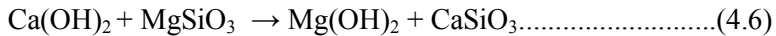
Slurry yang tersisa ditambahkan dengan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ untuk memisahkan antara Lithium yang akan direaksikan dengan pengotornya.



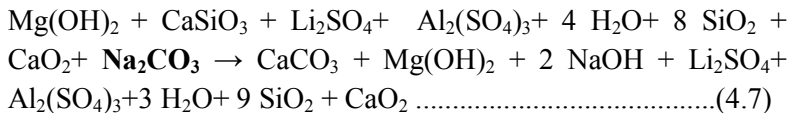
BAB IV ANALISA DATA



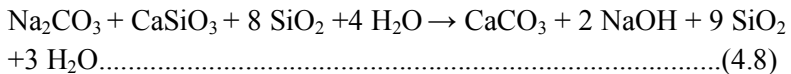
Pada reaksi tersebut, senyawa Ca(OH)_2 bereaksi dengan MgSiO_3



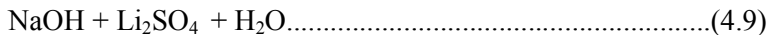
Setelah penambahan Ca(OH)_2 , slurry ditambahkan Na_2CO_3 . Hingga menghasilkan reaksi seperti berikut



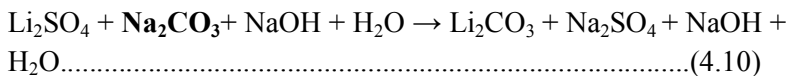
Dari reaksi (4.7) senyawa Na_2CO_3 bereaksi dengan CaSiO_3 menghasilkan reaksi berikut



Slurry yang tersisa selama proses, akhirnya di filtrasi untuk mengambil liquid yang memiliki senyawa Li_2SO_4 . Sehingga menyisahkan beberapa senyawa berikut :

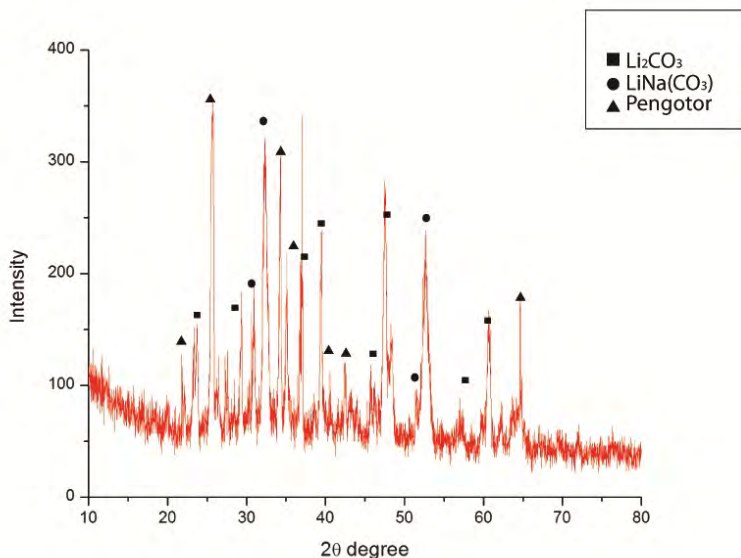


Dari senyawa Li_2SO_4 direaksikan dengan Na_2CO_3 untuk memperoleh senyawa yang di inginkan yaitu Li_2CO_3



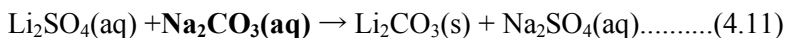


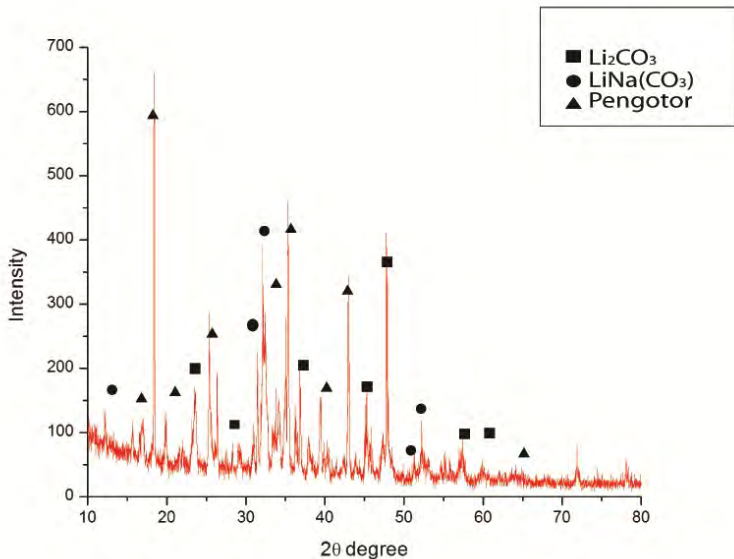
Pada pembentukan Li_2CO_3 , senyawa Li_2CO_3 terbentuk ketika proses filtrasi pada temperatur 95°C . Sehingga senyawa selain Li_2CO_3 pada reaksi (4.10) di buang.



Gambar 4. 2 Hasil XRD dari ekstraksi Lithium pada penambahan NaOH 0.1 M.

Pada Gambar 4.2 menunjukkan hasil XRD penambahan NaOH 0.1 M terhadap proses ekstraksi. Dalam hasil tersebut terdapat tiga senyawa utama yaitu Li_2CO_3 , $\text{LiNa}(\text{CO}_3)$ dan senyawa yang merupakan pengotor dalam proses ekstraksi. Li_2CO_3 yang ditemukan pada hasil XRD tersebut cocok dengan JCPDF card 01-072-6636. Hal ini dapat dibuktikan pada peak pada posisi 2θ 45.7606 dengan intensitas peak 15.97 yang merupakan senyawa Li_2CO_3 . Senyawa Li_2CO_3 berhasil terbentuk dalam sampel ini melalui persamaan seperti berikut :

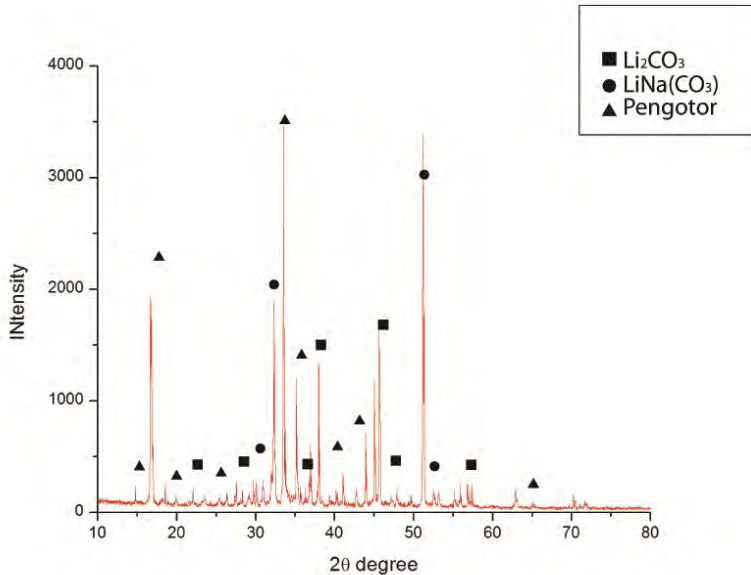




Gambar 4.3 Hasil XRD dari ekstraksi Lithium pada penambahan NaOH 0.3 M.

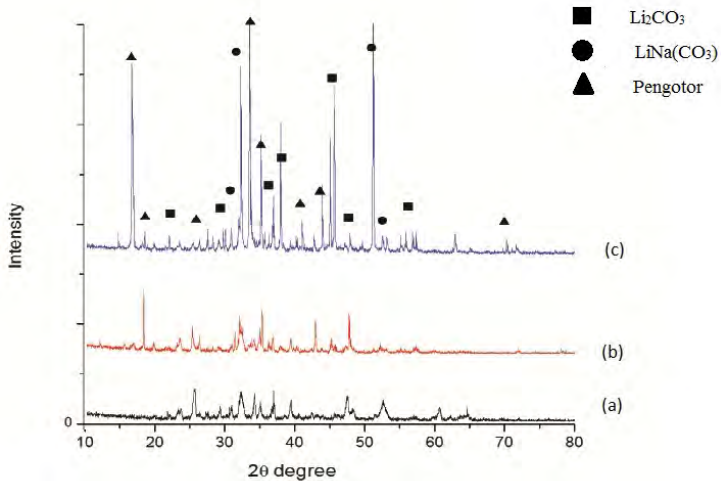
Gambar 4.3 menunjukkan hasil XRD penambahan NaOH 0.3 M. Penambahan NaOH 0.3 M yang lebih pekat daripada NaOH 0.1 M menjadikan pengotor yang meningkat. Namun intensitas peak Li_2CO_3 meningkat. Hal ini dapat dibuktikan pada peak dengan posisi 2θ 45.7220 yang intensitasnya 25.51 dan sesuai dengan JCPDF 01-072-6636.

Selain itu, dalam Gambar 4.3 juga terdapat $\text{LiNa}(\text{CO}_3)$ karena kurang sempurnanya reaksi pembentukan Li_2CO_3 . Pada peak 2θ 32.1145 yang sesuai dengan JCPDF 01-070-3307 dengan intensitas 59.56. Hal ini dikarenakan penambahan NaOH 0.3M mengakibatkan penambahan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan $\text{Na}_2(\text{CO}_3)$ juga meningkat. Namun, dalam proses kandungan Li^+ semakin menipis. Sehingga Li^+ mengikat $\text{Na}(\text{CO})^{3-}$ menjadi $\text{LiNa}(\text{CO})^{3-}$.



Gambar 4. 4 Hasil XRD dari ekstraksi Lithium pada penambahan NaOH 0.5 M.

Gambar 4.5 menunjukkan hasil XRD penambahan NaOH 0.5 M terhadap proses ekstraksi. Pada sampel ketiga, teridentifikasi adanya Li_2CO_3 yang terbentuk dengan posisi 2θ 45.7912 yang memiliki intensitas 32.28. Pada peak tersebut sesuai dengan JCPDF 01-072-6636. Dengan bertambahnya kepekatan NaOH yang diberikan seperti pada sampel ketiga, ternyata pengotor yang terbentuk juga semakin banyak. Pengotor ini terdiri dari beberapa senyawa yang berasal dari sisa-sisa reaksi proses ekstraksi antara lain $\text{Na}_6(\text{CO}_3)(\text{SO}_4)_2$ dan $\text{Na}_2\text{CO}_3\text{H}_2$



Gambar 4. 5 Hasil pengujian XRD penambahan (a) NaOH 0.1 M, (b) NaOH 0.3M dan (c) NaOH 0.5 M

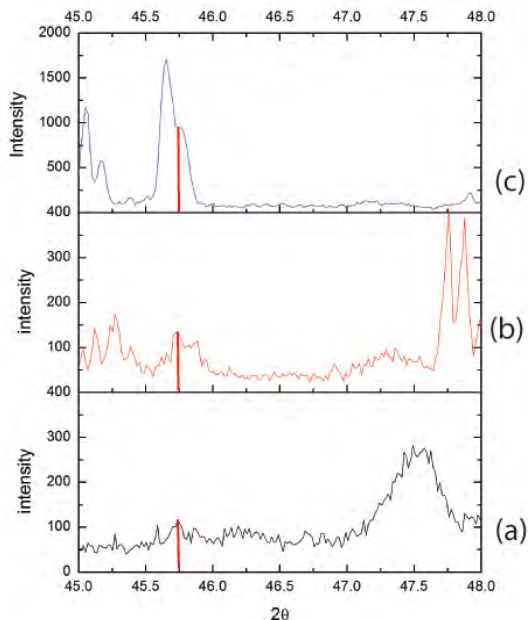
Gambar 4.5 menunjukkan hasil XRD ketiga sampel yaitu sampel yang mendapat perlakuan penambahan NaOH 0.1M, 0.3 M dan 0.5 M. Dalam gambar tersebut dikelompokkan peak peak yang sefasa, artinya peak peak yang memiliki karakteristik yang mirip antara satu dengan yang lain. Sehingga dapat dicocokkan bahwa antara (a), (b) dan (c) pada gambar 4.5 memiliki senyawa yang sama sama terbentuk yaitu Li_2CO_3 sebagai senyawa yang terbentuk sempurna dan senyawa yang yang tidak terbentuk sempurna yaitu $\text{LiNa}(\text{CO}_3)_3$.

Selain itu, pada Gambar 4.5 juga ditemukan pengotor yang jumlahnya semakin meningkat. Hal ini dikarenakan penambahan NaOH yang semakin pekat mengakibatkan bertambahnya pengotor. Pengotor tersebut merupakan $\text{Na}_6(\text{CO}_3)(\text{SO}_4)_2$ dan $\text{Na}_2\text{CO}_3\text{H}_2$ yang berasal dari pembentukan sekunder pada proses ekstraksi.



BAB IV ANALISA DATA

Pembentukan sekunder tersebut berasal dari proses leaching membutuhkan H_2SO_4 yang lebih banyak untuk mempertahankan pH ketika penambahan NaOH yang semakin pekat diberikan. Bertambahnya H_2SO_4 dalam proses juga memerlukan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan Na_2CO_3 yang lebih banyak. Maka terbentuklah pembentukan senyawa sekunder yang merupakan pengotor dari proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo.



Gambar 4. 6 Single peak Li_2CO_3 dengan variasi penambahan (a) NaOH 0.1 M, (b) NaOH 0.3M dan NaOH 0.5M.

Pada gambar 4.6 merupakan hasil dari perbandingan single peak dengan intensitas Li_2CO_3 yang tertinggi. Pada penambahan NaOH 0.1M (a) peak yang memiliki intensitas tertinggi terdapat pada posisi 2θ 45.7606 dengan intensitas peak 15.97. Sedangkan pada penambahan NaOH 0.3M (b) terdapat



pada posisi 2θ 45.7220 yang intensitasnya 25.51. Dan, pada penambahan NaOH 0.5M (c) pada posisi 2θ 45.7912 yang memiliki intensitas 32.28. Ketiga peak tersebut dengan intensitas tertinggi dari Li_2CO_3 sesuai dengan JCPDF Li_2CO_3 yang memiliki *reference code* 01-072-6636.

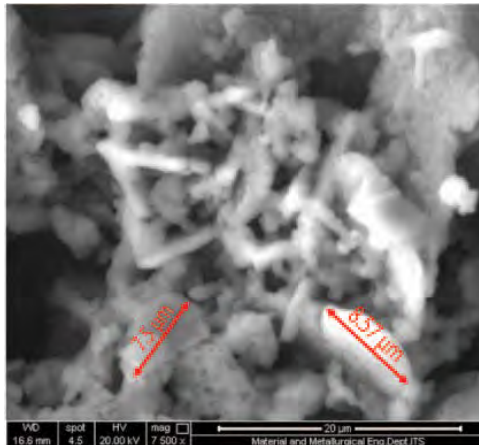
Meski cocok dengan JCPDF 01-072-6636. Ketiga peak tersebut mengalami pergeseran. Bila pada JCPDF peak yang memiliki intensitas tertinggi, merupakan peak dengan posisi 2θ 45.814. Maka, peak pada penambahan NaOH 0.1 M mengalami pergeseran sebanyak 0.0534. Pada peak penambahan NaOH 0.3M mengalami pergeseran sebanyak 0.092 dan pada peak penambahan NaOH 0.5M sebanyak 0.0228. Hal ini masih dianggap cocok karena pergeseran dari peak ketiga penambahan tadi masih dapat diperbolehkan.

Dari hasil pengujian XRD yang dilakukan, penambahan NaOH mengakibatkan intensitas peak Li_2CO_3 semakin meningkat. Sehingga bertambahnya intensitas Li_2CO_3 juga akan meningkatkan sifat kristalinitasnya semakin baik.

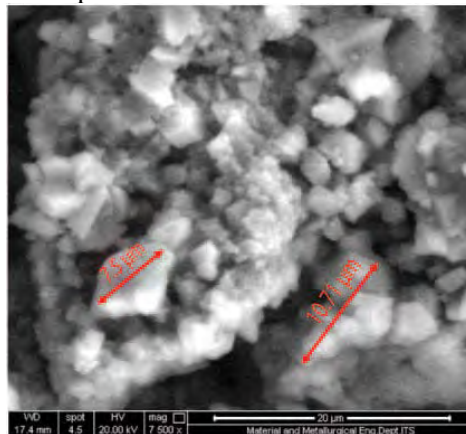
Peningkatan intensitas peak Li_2CO_3 ini dapat terjadi karena penambahan kepekatan NaOH pada proses. Hal ini berguna untuk menukar atom K pada senyawa pada KAlSi_3O_8 dengan atom Li pada LiO menjadi senyawa $\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$. (Kluksdahl,1986)

4.2 Pengujian SEM

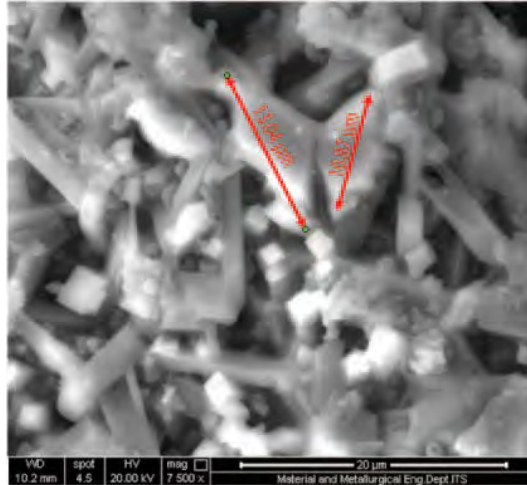
Pengujian SEM dilakukan untuk dapat mengetahui ukuran butir yang terdapat pada powder yang terbentuk setelah melalui proses ekstraksi. Ukuran butir masing-masing powder dapat dilihat pada Tabel 4.1



Gambar 4. 7 Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo penambahan 0.1 M NaOH



Gambar 4. 8 Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo penambahan 0.3 M NaOH



Gambar 4. 9 Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo penambahan 0.5M NaOH .

Tabel 4. 1 Ukuran Butir dari Li_2CO_3 dengan variasi penambahan NaOH 0.1 M, NaOH 0.3 M dan NaOH 0.5 M.

Penambahan	Ukuran Butir
NaOH 0.1 M	7.5-8.57 μm
NaOH 0.3 M	7.5-10.71 μm
NaOH 0.5 M	10.87-13.04 μm

Dari hasil pengujian SEM, terjadi peningkatan ukuran butir yang diakibatkan karena adanya penambahan NaOH pada proses ekstraksi. Pada Gambar 4.7 memiliki bentuk yang belum sempurna seperti pada Gambar 4.9 yang sebagian besar berbentuk kubus.



4.3 Pengujian ICP

Pengujian ICP digunakan untuk mengetahui kandungan Lithium yang telah diproses melalui ekstraksi Lumpur Sidoarjo dan untuk mengetahui efisiensi dari proses ekstraksi dari Lumpur Sidoarjo.

Tujuannya ialah untuk mengetahui seberapa efisienkah proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo melalui metode *Hydrometallurgy* dan untuk mengetahui seberapa banyak Lithium yang di dapat dari proses ekstraksi.

4.3.1 Hasil ICP Lithium

Hasil dari pengujian ICP untuk proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo menunjukkan seberapa banyak Lithium yang dapat di ambil dari Lumpur Sidoarjo. Hal ini dapat di ketahui melalui sample yang di dapat dari variasi penambahan NaOH 0.1 M, penambahan NaOH 0.3 M dan penambahan NaOH 0.5 M yang telah di Uji ICP.

Preparasi pengujian ICP dilakukan melalui pengambilan cuplikan dari hasil filtrasi setelah proses leaching. Besar cuplikan yang diambil sebanyak 1 ml setiap hasil filtrasi variasi penambahan NaOH. Setelah pengambilan cuplikan, cuplikan di encerkan menggunakan aquades sebanyak 50 ml. Cuplikan yang telah di encerkan, kemudian di uji ICP untuk mengetahui seberapa banyak Li yang telah di peroleh melaui proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo yang ditunjukkan pada Tabel 4.2

Tabel 4. 2 Hasil pengujian ICP pada variasi penambahan NaOH.

Penambahan NaOH	Hasil filtrasi (ml)	Kandungan Li (ppm)
0.1 M	28	0.44
0.3 M	25	0.47
0.5 M	20	0.47

Hasil dari kandungan Li yang didapat dari pengujian ICP merupakan hasil cuplikan yang berasal dari sample preparasi ICP.

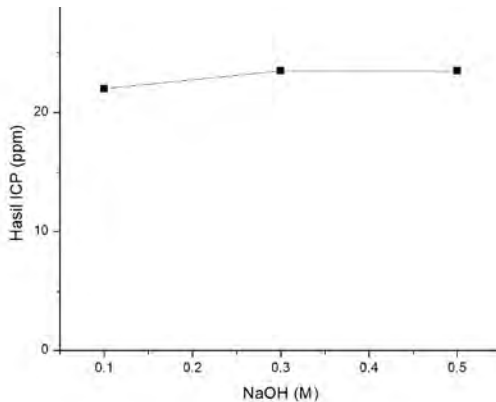


BAB IV ANALISA DATA

Sehingga untuk mendapatkan hasil kandung Li yang sebenarnya dari hasil filtrasi proses leaching Lumpur Sidoarjo diperlukan rumus berikut.

$$\text{Li} = \text{Kandungan Li (ppm)} \times \text{pengenceran aquades (ml)} \quad (4.12)$$

Dari rumus tersebut, Hasil ICP yang sebenarnya pada cuplikan dapat ditunjukkan pada Gambar 4.10



Gambar 4. 10 Grafik hasil ICP dalam cuplikan

Dari hasil ICP yang sebenarnya, didapat kandungan Li yang masih berasal dari cuplikan hasil liquid dari filtrasi proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo, sehingga diperlukan perhitungan kembali. Perhitungan dilakukan untuk memperoleh hasil ICP dari kandungan keseluruhan yang ditunjukkan melalui rumus berikut.

$$\text{Total} = \text{Hasil Filtrasi} \times \text{Hasil akhir ICP} \dots\dots\dots (4.$$

13)



Dari rumus di atas, dapat hitung Total berapa kandungan Li yang berhasil di filtrasi. Hal ini dapat di tunjukkan pada Tabel 4.3

Tabel 4. 3 Total Li yang diperoleh setiap penambahan NaOH.

Penambahan NaOH	Hasil Filtrasi (ml)	Hasil akhir ICP (ppm)	Hasil akhir ICP (ml)	Total Li yang diperoleh (ml)
0.1 M	28	22	0.022	0.616
0.3 M	25	23.5	0.0235	0.5875
0.5 M	20	23.5	0.0235	0.47

4.3.2 Hasil ICP Lumpur Sidoarjo

Pengujian ICP terhadap Lumpur Sidoarjo dilakukan bertujuan untuk mengetahui seberapa banyak kandungan Li yang masih belum di ekstraksi. Selain itu, dari pengujian ICP Lumpur Sidoarjo dapat dijadikan tinjauan untuk mengetahui efisiensi dari variasi penambahan NaOH terhadap ekstraksi Lumpur Sidoarjo.

Lumpur Sidoarjo di uji dengan menggunakan metode yang sama seperti pengujian Lumpur Sidoarjo yang telah melalui proses yaitu pengambilan cuplikan. Lumpur yang telah kering di cuplik dan kemudia di timbang ($m = 0.10350$ gr). Setelah itu di preparasi menggunakan HCL untuk mendapatkan sample uji ICP. kemudian, sample di saring untuk mendapatkan liquid yang telah di filtrasi dengan pengotornya. Dari filtrasi Lumpur Sidoarjo, melalui penimbangan kertas saring didapat massa kertas saring dan total ketas saring beserta sample yang di tunjukkan pada Tabel 4.4

Tabel 4. 4 Penimbangan kertas saring sebelum dan sesudah proses filtrasi.

Penimbangan	Massa (gr)
Kertas Saring (A)	1.2032



Kertas Saring dan Sample (B)	1.2466
---------------------------------	--------

Dari Tabel 4.4 dapat dihitung seberapa banyak massa zat yang terlarut dalam pengujian ICP. Untuk memperolehnya, diperlukan rumus berikut.

$$\text{Zat terlarut} = m \text{ Lumpur cuplikan} - (B - A) \dots \dots \dots (4.14)$$

Dari perhitungan diatas, diperoleh bahwa zat terlarut dari Lumpur Sidoarjo sebesar 0.06 gr. Setelah itu, zat yang terlarut tadi di masukkan ke dalam uji ICP. Di dalam uji ICP, kandungan Li yang terbaca sebesar 0.3614 ppm. Melalui hasil pembacaan ini kemudian diolah lagi untuk mendapatkan cuplikan Lumpur Sidoarjo sebenarnya, yang di tunjukkan pada perhitungan di bawah.

$$\text{Li Sebenarnya} = \frac{m \text{ Pembacaan ICP} \times \text{Faktor pengkali}}{1000 \times \text{massa terlarut (gr)}} \dots \dots \dots (4.15)$$

Hasil Uji ICP kandungan Lithium pada cuplikan Lumpur Sidoarjo yang berhasil diperoleh sebesar 0.1506 ml. Dari cuplikan ini dapat dihitung total kandungan Lithium dari dalam Lumpur Sidoarjo sebelum di olah yang di tunjukkan oleh perhitungan sebagai berikut.

$$\text{Li lumpur} = \frac{m \text{ Lumpur Sidoarjo} \times \text{massa terlarut}}{m \text{ cuplikan}} \times \text{Li sebenarnya} \dots \dots \dots (4.16)$$

Total Li dalam lumpur yang belum di ekstraksi adalah 1.746 ml.

4.3.3 Efisiensi proses Ekstraksi

Dari pengujian ICP baik dari hasil filtrasi dan hasil uji Lumpur Sidoarjo dapat dihitung seberapa efisien proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo. Untuk memperoleh efisiensi dari proses ekstraksi di perlukan rumus berikut.

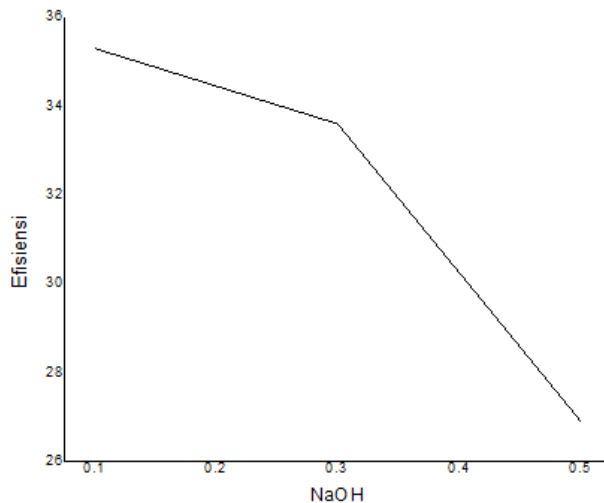


$$Efisiensi = \frac{\text{Total Li yang diperoleh}}{\text{Li dalam Lumpur}} \times 100 \% \dots\dots\dots(4.17)$$

Hasil dari perhitungan yang berasal dari rumus efisiensi di tunjukkan pada Tabel 4.5. Data Tabel 4.5 diambil dari data Tabel 4.3 dari total Li yang telah di ekstrak pada Lumpur Sidoarjo. Hal ini dilakukan untuk menghitung efisiensi dari proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo.

Tabel 4. 5 Efisiensi setiap penambahan NaOH.

Penambahan NaOH	Total Li (ml)	Li Lumpur (ml)	Efisiensi (%)
0.1 M	0.616	1.746	35.3
0.3 M	0.5875	1.746	33.6
0.5 M	0.47	1.746	26.9
Rata- rata			31.9



Gambar 4. 11 Grafik efisiensi proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo.

Jadi, rata-rata efisiensi dari proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo yang telah dilakukan adalah **31.9 %**. Dari Gambar 4.11 Dapat diketahui bahwa makin bertambahnya kemolaritasan NaOH efisiensinya semakin turun, Namun, dari Gambar 4.10 menunjukkan kandungan Li yang didapat melalui proses ekstraksi semakin banyak. Sehingga dapat disimpulkan bahwa penambahan NaOH akan berakibat bertambahnya kandungan Li yang diambil tetapi mengalami penurunan efisiensi.

Hal ini disebabkan karena semakin banyak penambahan kemolaritasan NaOH maka semakin pekat juga H_2SO_4 yang diperlukan untuk mencuci NaOH yang masih di dalam Slurry. Sehingga bertambah pekatnya NaOH yang diberikan menjadikan volume larutan yang telah di filtrasi menjadi semakin turun dan membutuhkan penambahan Na_2CO_3 dan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ semakin banyak untuk mempertahankan pH pada proses.



BAB IV ANALISA DATA

Artinya, semakin pekat penambahan NaOH maka semakin kurang efektif. Namun, semakin banyak kandungan Li yang dapat diambil.

Menurut Sitando pada tahun 2012, bahwa penambahan kemolaritasan mengakibatkan efisiensinya semakin turun. Sehingga dari hasil penelitian ini ternyata dapat dibuktikan dari penelitian sebelumnya yang memiliki penurunan efisiensi ketika penambahan kemolaritasan NaOH. Hal ini dikarenakan kurang efektifnya senyawa NaOH untuk menghilangkan pengotor dari proses ekstraksi.

LAMPIRAN

Perhitungan (4.14)

$$\text{Zat Terlarut} = 0.103050 - (1.2466 - 1.2032)$$

$$\text{Zat Terlarut} = 0.06 \text{ gr}$$

Tabel 4.10 Hasil ICP sebenarnya pada grafik 4.10

Penambahan NaOH	Kandungan Li (ppm)	Pengenceran (ml)	Hasil akhir ICP (ppm)
0.1 M	0.44	50	22
0.3 M	0.47	50	23.5
0.5 M	0.47	50	23.5

Perhitungan (4.15)

$$Li \text{ Sebenarnya} = \frac{0.3614 \times 25}{1000 \times 0.06}$$

$$Li \text{ Sebenarnya} = 150.6 \text{ ppm}$$

$$Li \text{ Sebenarnya} = 0.1506 \text{ ml}$$

Perhitungan (4.16)

$$Li \text{ lumpur} = \frac{20 \times 0.06}{0.1035} \times 0.1506$$

$$Li \text{ lumpur} = 1.746 \text{ ml}$$

Lampiran 1



Gambar 1 Menimbang NaOH



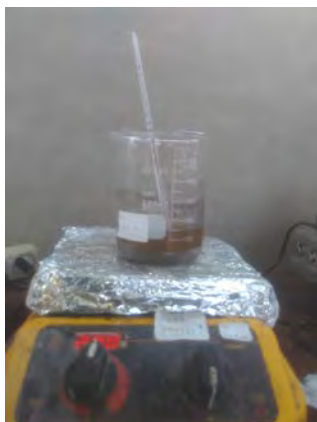
Gambar 2 Mengambil aquades sebanyak 200 ml



Gambar 3 Menimbang Lumpur Sidoarjo 20 gr.



Gambar 4 Mencampurkan NaOH Aquades dan Lumpur Sidoarjo



Gambar 5 Memanaskan Slurry



Gambar 6 Memisahkan Slurry dengan liquid NaOH



Gambar 7 Mengukur pH



Gambar 8 Menambahkan H_2SO_4 hingga pH 1



Gambar 9 Mengukur pH setelah penambahan H_2SO_4



Gambar 10 Memisahkan slurry dan mengambil liquid



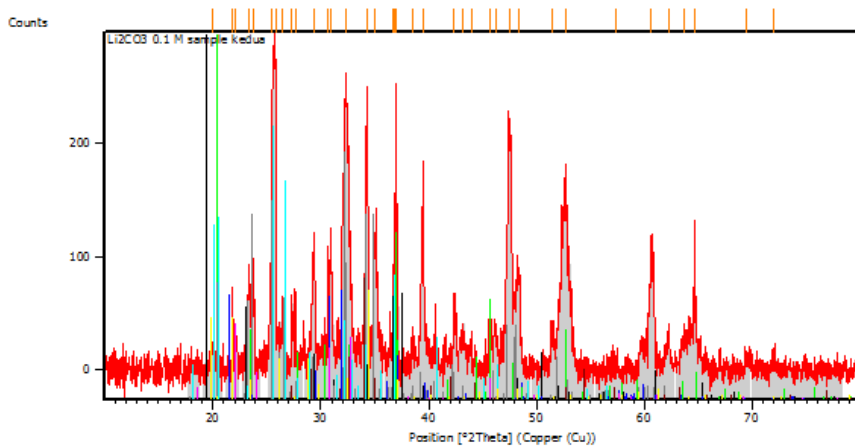
Gambar 11 Menambahkan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ hingga pH 7 dipanaskan Lampiran 2



Gambar 12 Menambahkan Na_2CO_3 hingga pH 12 dan

Hasil XRD 0.1 M

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)

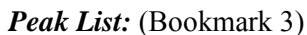


Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
19.9366	17.91	0.4015	4.45362	6.90
21.8349	56.84	0.0669	4.07053	21.88
22.1683	28.86	0.1338	4.01007	11.11
23.3663	84.82	0.1004	3.80711	32.65
23.7737	89.43	0.1171	3.74279	34.43
25.4965	213.17	0.2342	3.49366	82.06
25.8025	231.87	0.1338	3.45291	89.26
26.4726	50.21	0.1004	3.36701	19.33
27.3154	51.20	0.1004	3.26501	19.71
27.6517	25.66	0.5353	3.22606	9.88
29.3783	112.56	0.1338	3.04027	43.33
30.6365	94.80	0.0502	2.91822	36.49
30.9833	102.19	0.2007	2.88634	39.34

32.3387	252.47	0.2342	2.76840	97.19
34.2854	248.66	0.0669	2.61554	95.73
35.0532	113.25	0.2342	2.55999	43.60
36.6865	92.83	0.0816	2.44765	35.74
36.8467	153.13	0.0612	2.43738	58.95
36.9932	259.76	0.0502	2.43007	100.00
38.5666	23.02	0.2676	2.33448	8.86
39.4826	168.34	0.2342	2.28240	64.80
42.4005	59.81	0.1004	2.13185	23.03
43.1997	29.72	0.2676	2.09424	11.44
43.9562	25.39	0.2007	2.05994	9.77
45.7606	41.48	0.2007	1.98283	15.97
46.2350	35.28	0.2007	1.96358	13.58
47.5843	212.67	0.3011	1.91100	81.87
48.3846	79.77	0.3346	1.88125	30.71
51.4864	35.23	0.2007	1.77497	13.56
52.6661	173.77	0.1673	1.73796	66.90
57.3388	15.45	0.9368	1.60694	5.95
60.6678	108.97	0.2676	1.52649	41.95
62.2485	24.56	0.2676	1.49147	9.45
63.7685	32.47	0.4015	1.45954	12.50
64.6384	126.88	0.0612	1.44079	48.84
69.5201	12.21	0.4015	1.35219	4.70
71.9494	12.21	0.5353	1.31239	4.70

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



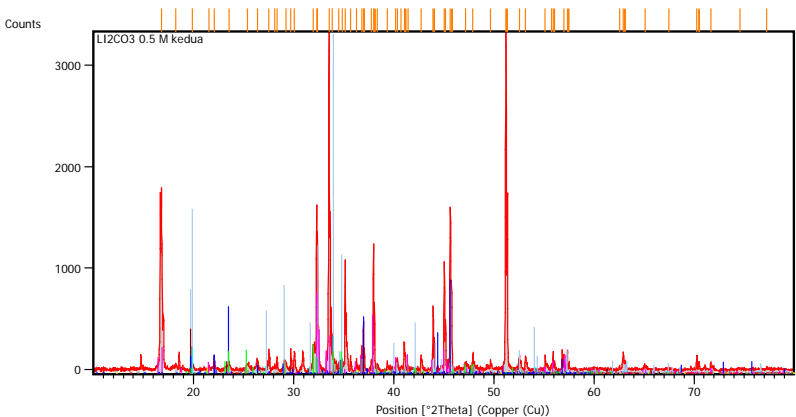
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.2070	38.58	0.2007	7.25078	7.17
16.9169	50.76	0.2676	5.24119	9.44
18.3769	537.87	0.1338	4.82793	100.00
19.8995	54.95	0.2007	4.46185	10.22
22.1060	14.20	0.9368	4.02122	2.64
23.5117	102.33	0.3011	3.78389	19.03
25.3518	211.50	0.1004	3.51326	39.32
26.3568	144.64	0.0669	3.38154	26.89
28.3062	28.07	0.1004	3.15294	5.22
29.0503	26.82	0.4015	3.07385	4.99
31.4754	186.53	0.0502	2.84233	34.68
32.1145	320.35	0.0502	2.78721	59.56
32.4801	203.05	0.1004	2.75667	37.75

33.3368	60.91	0.1338	2.68776	11.33
33.7849	127.44	0.0502	2.65313	23.69
34.1552	111.75	0.1338	2.62521	20.78
35.0451	211.76	0.0502	2.56056	39.37
35.3114	383.24	0.1004	2.54186	71.25
36.2168	94.01	0.0612	2.47831	17.48
36.3237	79.56	0.0502	2.47331	14.79
36.8288	141.42	0.0836	2.44054	26.29
37.9316	52.16	0.1338	2.37209	9.70
39.4831	119.47	0.0502	2.28238	22.21
39.8318	37.01	0.1338	2.26320	6.88
40.3044	39.10	0.1004	2.23774	7.27
41.4600	15.86	0.2007	2.17801	2.95
42.3816	19.76	0.2676	2.13275	3.67
42.9448	285.95	0.0612	2.10434	53.16
43.0679	142.20	0.0612	2.10382	26.44
43.8938	20.76	0.2448	2.06102	3.86
45.1232	98.75	0.0612	2.00768	18.36
45.2705	36.69	0.2448	1.98277	6.82
45.7220	137.23	0.0816	2.00149	25.51
46.9113	27.41	0.0612	1.93524	5.10
47.3079	48.26	0.2448	1.91993	8.97
47.7474	331.09	0.0612	1.90328	61.56
47.8731	319.07	0.0612	1.89857	59.32
51.2993	20.39	0.2448	1.77953	3.79
52.2348	56.59	0.0816	1.74984	10.52
53.1154	24.89	0.3264	1.72288	4.63
55.1198	40.96	0.0612	1.66488	7.61
55.8328	17.50	0.2448	1.64530	3.25
56.9849	42.45	0.0612	1.61474	7.89
57.3933	72.37	0.0612	1.60421	13.45
59.9331	13.64	0.4896	1.54216	2.54
62.0758	7.13	0.4896	1.49397	1.33
71.8758	56.75	0.0612	1.31247	10.55
78.0731	38.35	0.1224	1.22305	7.13

Lampiran 4

Hasil XRD 0.5 M

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d- spacing [Å]	Rel. Int. [%]
16.8096	1783.89	0.0669	5.27439	53.49
18.2328	49.40	0.1338	4.86578	1.48
19.9087	60.55	0.1673	4.45980	1.82
21.5694	34.10	0.1004	4.12003	1.02
22.0895	138.79	0.0836	4.02419	4.16
23.5385	75.67	0.1338	3.77964	2.27
25.4264	61.14	0.2676	3.50313	1.83
26.3962	76.62	0.1338	3.37659	2.30
27.5473	204.05	0.0502	3.23805	6.12
28.1360	63.18	0.0502	3.17162	1.89
28.3360	125.11	0.0502	3.14969	3.75
29.2242	85.49	0.2342	3.05596	2.56

29.7196	205.93	0.0502	3.00614	6.17
30.0726	198.90	0.1004	2.97165	5.96
31.9651	288.10	0.0502	2.79990	8.64
32.2957	1660.17	0.0408	2.76969	49.78
32.3954	1418.16	0.0408	2.76140	42.52
33.5508	3335.23	0.0502	2.67111	100.00
33.8417	365.86	0.0408	2.64662	10.97
34.5353	90.05	0.1004	2.59718	2.70
34.8438	90.73	0.1004	2.57489	2.72
35.1609	1086.29	0.0502	2.55240	32.57
35.7130	99.67	0.1338	2.51419	2.99
36.2983	136.59	0.0502	2.47498	4.10
36.8148	256.53	0.0612	2.43942	7.69
36.9697	496.44	0.0612	2.42955	14.88
37.0705	241.88	0.0408	2.42920	7.25
37.7658	113.29	0.0612	2.38015	3.40
37.9898	1255.05	0.0408	2.36662	37.63
38.0942	667.59	0.0408	2.36625	20.02
38.3760	67.21	0.0612	2.34369	2.02
39.3608	91.13	0.0612	2.28730	2.73
40.1875	119.88	0.0612	2.24213	3.59
40.3776	128.02	0.0612	2.23201	3.84
40.7488	42.45	0.1632	2.21253	1.27
41.0599	277.39	0.0816	2.19648	8.32
41.1745	168.71	0.0612	2.19607	5.06
41.4668	18.64	0.2448	2.17586	0.56
42.7224	160.46	0.0612	2.11478	4.81
43.9372	649.43	0.0612	2.05908	19.47
44.0600	339.73	0.0612	2.05873	10.19
45.0488	1076.50	0.0816	2.01082	23.72
45.1765	527.00	0.0612	2.01042	15.80
45.6393	1575.26	0.1020	1.98617	47.23
45.7912	791.04	0.0816	1.98485	32.28
47.1509	76.79	0.1224	1.92596	2.30
47.9117	166.87	0.0612	1.89713	5.00

49.6580	82.49	0.0612	1.83443	2.47
51.2049	3271.07	0.1020	1.78259	98.08
51.3466	1777.70	0.0612	1.78242	53.30

Lampiran 5

JCPDF

Name and formula

Reference code:	01-072-6636
Compound name:	Lithium Carbonate
Empirical formula:	CLi ₂ O ₃
Chemical formula:	Li ₂ (CO ₃)

Crystallographic parameters

Crystal system:	Hexagonal
Space group:	P63/mcm
Space group number:	193
a (Å):	4.3380
b (Å):	4.3380
c (Å):	4.8350
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	120.0000
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	78.80
Z:	2.00
RIR:	0.99

Status, subfiles and quality

Status:	Diffraction data collected at non ambient pressure
Subfiles:	ICSD Pattern Inorganic Pharmaceutical
Quality:	Hypothetical (H)

Comments

ANX:	AB2X3
Creation Date:	11/20/2008
Modification Date:	1/19/2011
ANX:	AB2X3
Analysis:	C1 Li2 O3
Formula from original source:	Li2 (C O3)
ICSD Collection Code:	96486
Hypothetical Structure:	Structure calculated theoretically at 25000 MPa
Minor Warning:	No e.s.d reported/abstracted on the cell dimension
Wyckoff Sequence:	g d a(P63/MCM)
Unit Cell Data Source:	Powder Diffraction.

References

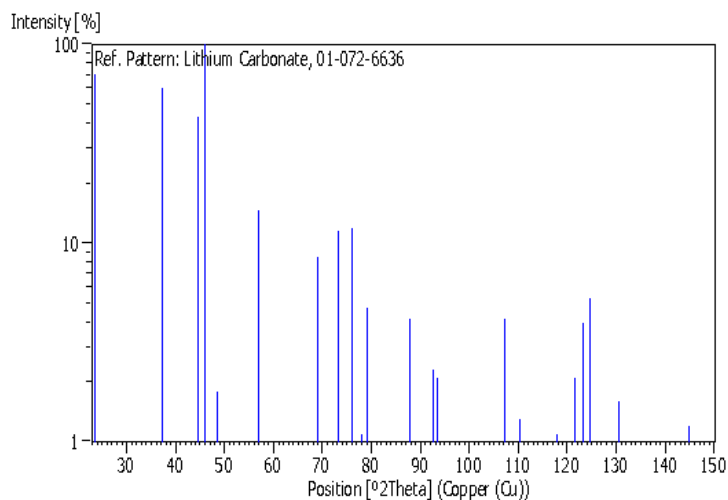
Primary reference:	<i>Calculated from ICSD using POWD-12++</i>
Structure:	Farina, L., Bouvier, P.,

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	3.75680	23.664	71.2
2	0	0	2	2.41750	37.161	60.5
3	1	1	0	2.16900	41.604	0.1
4	1	0	2	2.03300	44.531	42.9
5	1	1	1	1.97900	45.814	100.0
6	2	0	0	1.87840	48.420	1.8
7	1	1	2	1.61440	56.998	14.7
8	2	0	2	1.48330	62.573	0.2
9	2	1	0	1.41990	65.708	0.2
10	2	1	1	1.36240	68.860	8.5
11	1	1	3	1.29360	73.092	11.6
12	3	0	0	1.25230	75.920	12.0
13	2	1	2	1.22440	77.971	1.1
14	0	0	4	1.20880	79.173	4.7
15	1	0	4	1.15070	84.044	0.6
16	3	0	2	1.11190	87.701	4.2
17	2	2	0	1.08450	90.516	0.1
18	2	1	3	1.06540	92.608	2.3
19	2	2	1	1.05820	93.427	2.1
20	3	1	0	1.04200	95.335	1.0
21	3	1	1	1.01860	98.267	0.4
22	2	0	4	1.01650	98.541	0.2
23	2	2	2	0.98950	102.242	0.9
24	3	1	2	0.95690	107.220	4.2
25	4	0	0	0.93920	110.203	1.3
26	2	1	4	0.92040	113.632	0.1

27	2	2	3	0.89980	117.758	1.1
28	1	1	5	0.88320	121.423	2.1
29	4	0	2	0.87550	123.246	4.0
30	3	1	3	0.87550	123.246	4.0
31	3	0	4	0.86970	124.677	5.3
32	3	2	0	0.86190	126.690	0.2
33	3	2	1	0.84850	130.416	1.6
34	4	1	0	0.81980	139.975	0.3
35	4	1	1	0.80830	144.723	1.2
36	0	0	6	0.80580	145.859	0.5
37	2	1	5	0.79930	149.038	1.0

Stick Pattern



Lampiran 6

JCPDF

Name and formula

Reference code: 01-070-3307
Compound name: Lithium Sodium Carbonate
Empirical formula: CLiNaO3
Chemical formula: LiNa (CO3)

Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal
Space group: P-6
Space group number: 174
a (Å): 8.1200
b (Å): 8.1200
c (Å): 3.0500
Alpha (°): 90.0000
Beta (°): 90.0000
Gamma (°): 120.0000
Volume of cell (10⁶ pm³): 174.16
Z: 3.00
RIR: 0.94

Subfiles and quality

Subfiles: ICSD Pattern Inorganic
Quality: Hypothetical (H)

Comments

ANX: ABCX3
Creation Date: 11/20/2008
Modification Date : 1/19/2011
ANX : ABCX3
Analysis : C1 Li1 Na1 O3
Formula from original source : Li Na (C O3)
ICSD Collection Code : 89650

Hypothetical Structure : Structure calculated theoretically

Calculated Pattern

Original Remarks : Stable from 448 to 563 K (2nd ref., Tomaszewski), below P1
Minor Warning : No e.s.d reported/abstracted on the cell dimension
Wyckoff Sequence : k2 j3 e d a(P6-)
Unit Cell Data Source : Single Crystal.

References

Primary reference: Zhukov, S.G., Yatsenko, A.V., Chernyshev, V.V., D'yakov, V.A. (Dyakov, V.A.), le Loux, R., Schenk, H., *Golden Book of Phase Transitions, Wroclaw*, **1**, 1, (2002)

Structure: Zhukov, S.G., Yatsenko, A.V., Chernyshev, V.V., Dyakov, V.A., Le-Loux, R., Schenk, H., *Z. Kristallogr.*, **214**, 255, (1999)

Peak list

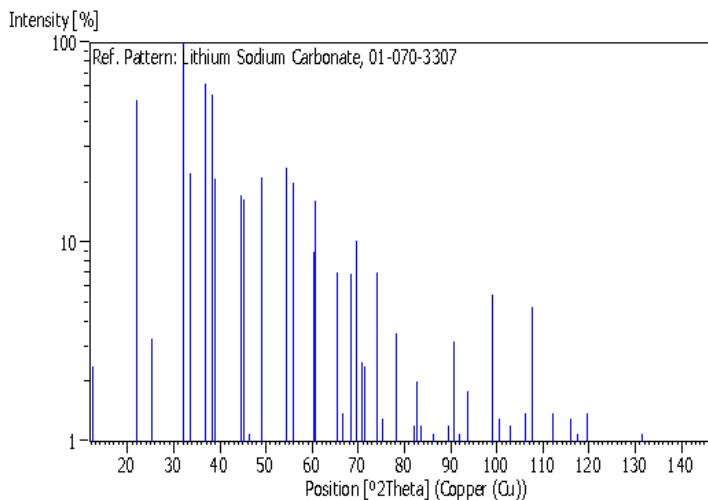
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	7.03210	12.578	2.4
2	1	1	0	4.06000	21.874	51.6
3	2	0	0	3.51610	25.310	3.3
4	0	0	1	3.05000	29.258	0.1
5	1	0	1	2.79820	31.958	100.0
6	1	2	0	2.65790	33.694	22.3
7	1	1	1	2.43860	36.828	62.2
8	3	0	0	2.34400	38.371	54.9
9	2	0	1	2.30400	39.064	20.7
10	2	2	0	2.03000	44.600	17.3
11	2	1	1	2.00380	45.215	16.4
12	3	1	0	1.95040	46.525	1.1
13	3	0	1	1.85860	48.970	21.1

14	4	0	0	1.75800	51.974	0.7
15	2	2	1	1.68990	54.236	23.5
16	1	3	1	1.64310	55.914	19.8
17	2	3	0	1.61330	57.040	0.4
18	1	4	0	1.53450	60.263	8.9
19	4	0	1	1.52500	60.678	16.1
20	0	0	2	1.52500	60.678	16.1
21	1	0	2	1.49040	62.241	0.1
22	3	2	1	1.42610	65.387	7.0
23	5	0	0	1.40640	66.420	1.4
24	2	0	2	1.39910	66.812	0.2
25	4	1	1	1.37080	68.379	6.9
26	3	3	0	1.35330	69.389	10.1
27	2	4	0	1.32900	70.846	2.5
28	2	1	2	1.32270	71.235	2.4
29	3	0	2	1.27830	74.112	7.0
30	5	0	1	1.27830	74.112	7.0
31	1	5	0	1.26300	75.164	1.3
32	3	3	1	1.23700	77.030	0.1
33	2	2	2	1.21930	78.360	3.5
34	2	4	1	1.21930	78.360	3.5
35	3	1	2	1.20140	79.758	0.3
36	6	0	0	1.17200	82.181	1.2
37	1	5	1	1.16690	82.619	2.0
38	4	3	0	1.15610	83.563	1.2
39	4	0	2	1.15200	83.928	0.2
40	2	5	0	1.12600	86.330	1.1
41	2	3	2	1.10820	88.069	0.1
42	6	0	1	1.09400	89.516	1.2
43	3	4	1	1.08170	90.815	3.2
44	1	4	2	1.08170	90.815	3.2
45	1	6	0	1.07240	91.828	1.1
46	5	2	1	1.05640	93.634	1.8
47	5	0	2	1.03390	96.326	0.6
48	4	4	0	1.01500	98.738	0.8

49	6	1	1	1.01220	99.108	5.5
50	3	3	2	1.01220	99.108	5.5
51	1	0	3	1.00620	99.913	0.9
52	7	0	0	1.00460	100.130	0.6
53	2	4	2	1.00190	100.500	1.3
54	1	1	3	0.98620	102.719	1.2
55	2	0	3	0.97670	104.124	0.4
56	2	6	0	0.97520	104.350	0.6
57	1	5	2	0.97270	104.730	0.7
58	4	4	1	0.96310	106.225	1.4
59	3	5	1	0.95420	107.661	4.7
60	2	1	3	0.94960	108.423	0.4
61	3	0	3	0.93270	111.356	0.8
62	7	1	0	0.93140	111.591	0.8
63	6	0	2	0.92930	111.973	1.4
64	2	6	1	0.92930	111.973	1.4
65	4	3	2	0.92130	113.461	0.8
66	2	2	3	0.90900	115.863	1.3
67	2	5	2	0.90590	116.492	0.9
68	1	3	3	0.90150	117.401	1.1
69	5	4	0	0.90040	117.632	0.7
70	1	7	1	0.89080	119.703	1.4
71	3	6	0	0.88600	120.781	0.5
72	4	0	3	0.88010	122.147	0.5
73	8	0	0	0.87900	122.407	0.3
74	1	6	2	0.87720	122.836	1.0
75	5	4	1	0.86350	126.268	0.4
76	3	2	3	0.86010	127.170	0.8
77	2	7	0	0.85910	127.439	0.3
78	6	3	1	0.85080	129.750	0.6
79	4	1	3	0.84750	130.710	0.8
80	8	0	1	0.84500	131.454	1.1
81	4	4	2	0.84500	131.454	1.1
82	3	5	2	0.83890	133.336	0.5
83	2	7	1	0.82690	137.356	0.2

84	5	0	3	0.82390	138.438	0.3
85	8	1	0	0.82300	138.770	0.2
86	2	6	2	0.82160	139.292	0.7
87	3	3	3	0.81290	142.738	0.1
88	5	5	0	0.81200	143.116	0.1
89	2	4	3	0.80750	145.082	0.4
90	6	4	0	0.80660	145.491	0.1

Stick Pattern



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 KESIMPULAN

Setelah melakukan penelitian ini dapat disimpulkan bahwa :

1. Penambahan NaOH pada proses ekstraksi dapat meningkatkan terbentuknya Li_2CO_3 . Ini terbukti dari intensitas tertinggi pada peak posisi 20 45.7912 pada penambahan NaOH 0.5 M. Hal ini terjadi karena banyaknya atom Al yang diganti dengan atom Na pada senyawa kompleks $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.
2. Penambahan NaOH pada proses ekstraksi dapat mempengaruhi besar ukuran Li_2CO_3 yang terbentuk. Dengan ukuran butir paling kecil sebesar 7.5-8.57 μm pada penambahan NaOH 0.1 M dan paling besar 10.87-13.04 μm pada NaOH 0.5 M. Hal ini disebabkan makin besarnya Li_2CO_3 yang terbentuk karena penggantian atom Na dengan Li .
3. Penambahan NaOH pada proses ekstraksi mempengaruhi penurunan efisiensi. Dengan efisiensi paling kecil sebesar 26.9% dengan kandungan Li yang diperoleh sebanyak 23.5 ppm pada penambahan NaOH 0.5 M. Namun, pada efisiensi paling tinggi 35.3% kandungan Li yang diperoleh sebanyak 22 ppm.

5.2 SARAN

Saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya yang berhubungan dengan penelitian ini adalah :

1. Memberikan Control Agent yang bertujuan untuk menahan senyawa pengotor tidak mempengaruhi dalam proses ekstraksi.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Amer AM. 2008.** The hydrometallurgical extraction of lithium from Egyptian montmorillonite type clay. **JOM.**
- Buyukburç A, Koksall G. 2005.** An attempt to minimize the cost of extracting lithium from boron clays through robust process design. **Clays Clay Min.**
- Crocker L, Lien RH, May JT, Witkowsky DS., 1988. Seidel DC.** Lithium and its recovery from low-grade Nevada clays. **Bureau of Mines, US Department of the Interior, Bulletin 691**
- D.W. Jeppson, J.L. Ballif, W.W. Yuan, B.E.Chou.1978.**Lithium Literature Review : Lithiums Properties And Interactions. **Hanford Engineering Development Laboratory. U.S. Department of Energy.**
- Distin PA, Phillips CV. 1982.** The acid extraction of lithium from the granites of South West England. **Hydrometallurgy.**
- E. Siame, R.D. Pascoe. 2011.** Extraction of lithium from micaceous waste from china clay production. **Camborne School of Mines, College of Engineering, Mathematics and Physical Sciences, University of Exeter.**
- Ishimori T, Ueno K. 1981.** Method for recovering lithium from sea water. **Japan Atomic Energy Research Institute, assignee. US patent 4243641.**
- Kluksdahl HE. 1986.** Extraction of lithium from lithiumcontaining materials. **Chevron Research Company, assignee.US patent 4588566; May 13, 1986.**
- Labbe JF, Daw G. Panorama. 2013.** du marche e du lithium e rapport final BRGM/RP-60460-FR e BRGM. **The French Geological Survey . Paris (France).**

- Lee J, Yu SH, Kim C, Sung YE, and Yoon J. 2013.** Highly selective lithium recovery from brine using $\text{I-MnO}_2/\text{Ag}$ battery. **Phys Chem Chem Phys.**
- Liu X, Chen X, Zhao Z, and Liang X. 2014.** Effect of Na p on Li extraction from brine using $\text{LiFePO}_4/\text{FePO}_4$ electrodes. **Hydrometallurgy.**
- Marinkina GA, Zanina AS, Shergina SI, Sokolov IE, and Kotlyarevskii IL. 1992.** Effective extractants for the extraction of lithium from aqueous solutions containing sodium and potassium compounds. *Bull Russ Acad Sci Div Chem Sci.*
- Murray, HH,. 2007.** Applied clay mineralogy. Elsevier. Department of Geological Sciences Indiana. University Bloomington, Indiana, U.S.A.
- Risa Devina Manao, Ronald Alfianto, dan Sumarno. 2012.** Recovery garam pada air tua (bittern) dengan metode presipitasi. **Jurnal Teknologi Kimia dan Industri.**
- Starkey HC. 1982.** The role of clays in fixing lithium. Geological Survey Bulletin 1278-F. Washington: US Government Printing Office.
- Strelow FWE, Weinert CHSW, and Van Der Walt TN. 1974.** Separation of lithium from sodium, beryllium and other elements by cation-exchange chromatography in nitric acid-methanol. **AnalChimActa.**
- Zbranek V, Bertolli S, and Vargas P. 2013.** Production of lithium and potassium compounds. **Western Lithium Corporation, assignee. US patent 8431005.**
- Zhao Z, Si X, Liu X, He L, and Liang X. 2013.** Li extraction from high Mg/Li ratio brine with $\text{LiFePO}_4/\text{FePO}_4$ as electrode materials. **Hydrometallurgy.**

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Adha Bangkit Banyubiru Tangguh lahir di kota Surabaya pada tanggal 20 Mei 1994 dari ayah bernama Gunawan Ulfi dan ibu bernama Sri Hartini. Penulis adalah anak pertama dari dua bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di SD Negeri Medokan Ayu 2 Surabaya, lalu SMP Negeri 35 Surabaya, lalu SMA Negeri 15 Surabaya. Penulis melanjutkan pendidikan di Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI. Semasa kuliah penulis aktif di berbagai kegiatan intra dan ekstra kampus antara lain pernah menjadi staf Unit Kerja Khusus HMMT FTI-ITS 2013/2014, kemudian aktif dalam Crew DBL, Crew DETCON Jawa Pos dan berbagai kegiatan kepanitiaan HMMT FTI-ITS. Selain itu penulis juga memiliki pengalaman kerja praktisi di PT. Petrokimia Gresik dan ditempatkan di Divisi korosi mengenai studi pembandingan material atau analisa kegagalan dalam material Tank Storage PT. Petrokimia Gresik. Sebagai tugas akhir, penulis mengambil topik mengenai proses ekstraksi Lithium pada Lumpur Sidoarjo.